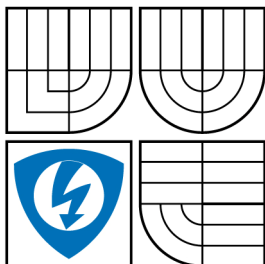


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH
TECHNOLOGIÍ

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION
DEPARTMENT OF MICROELECTRONICS

TLAKOVÝ SENZOR TYPU MEMS VYUŽÍVAJÍCÍ NANOKOMPOZITY

MEMS PRESSURE SENSOR UTILIZING NANOCOMPOSITES

Diplomová práce
MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Bc. Miroslav Šeda

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

Ing. Richard Fíček

BRNO 2008

Licenční smlouva poskytovaná k výkonu práva užít školní dílo

uzavřená mezi smluvními stranami:

1. Pan/paní

Jméno a příjmení: Bc Miroslav Šeda
Bytem: Choceň, T. N. Kautníka 1650, 565 01
Narozen/a (datum a místo): 3. 1. 1979, Havířov

(dále jen „autor“)

a

2. Vysoké učení technické v Brně

Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií
se sídlem Údolní 244/53, 602 00 Brno
jejímž jménem jedná na základě písemného pověření děkanem fakulty:
Prof. Ing. Vladislav Musil, CSc.
(dále jen „nabyvatel“)

Článek 1

Specifikace školního díla

1 Předmětem této smlouvy je vysokoškolská kvalifikační práce (VŠKP):

- ☐ disertační práce
- ☒ diplomová práce
- ☐ bakalářská práce
- ☐ jiná práce, jejíž druh je specifikován jako

.....
(dále jen VŠKP nebo dílo)

Název VŠKP: Tlakový senzor typu MEMS využívající nanokompozity
Vedoucí/ školitel VŠKP: Ing. Richard Ficek
Ústav: Ústav mikroelektroniky
Datum obhajoby VŠKP: 9.6.2008

VŠKP odevzdal autor nabyvateli v:

- ☒ tištěné formě – počet exemplářů 2
- ☒ elektronické formě – počet exemplářů 2

- 2 Autor prohlašuje, že vytvořil samostatnou vlastní tvůrčí činností dílo shora popsané a specifikované. Autor dále prohlašuje, že při zpracovávání díla se sám nedostal do rozporu s autorským zákonem a předpisy souvisejícími a že je dílo dílem původním.
- 3 Dílo je chráněno jako dílo dle autorského zákona v platném znění.
- 4 Autor potvrzuje, že listinná a elektronická verze díla je identická.

Článek 2

Udělení licenčního oprávnění

- 1 Autor touto smlouvou poskytuje nabyvateli oprávnění (licenci) k výkonu práva uvedené dílo nevýdělečně užít, archivovat a zpřístupnit ke studijním, výukovým a výzkumným účelům včetně pořizování výpisů, opisů a rozmnoženin.
- 2 Licence je poskytována celosvětově, pro celou dobu trvání autorských a majetkových práv k dílu.
- 3 Autor souhlasí se zveřejněním díla v databázi přístupné v mezinárodní síti
 - ☒ ihned po uzavření této smlouvy
 - ☐ 1 rok po uzavření této smlouvy
 - ☐ 3 roky po uzavření této smlouvy
 - ☐ 5 let po uzavření této smlouvy
 - ☐ 10 let po uzavření této smlouvy(z důvodu utajení v něm obsažených informací)
- 4 Nevýdělečné zveřejňování díla nabyvatelem v souladu s ustanovením § 47b zákona č. 111/ 1998 Sb., v platném znění, nevyžaduje licenci a nabyvatel je k němu povinen a oprávněn ze zákona.

Článek 3

Závěrečná ustanovení

- 1 Smlouva je sepsána ve třech vyhotoveních s platností originálu, přičemž po jednom vyhotovení obdrží autor a nabyvatel, další vyhotovení je vloženo do VŠKP.
- 2 Vztahy mezi smluvními stranami vzniklé a neupravené touto smlouvou se řídí autorským zákonem, občanským zákoníkem, vysokoškolským zákonem, zákonem o archivnictví, v platném znění a popř. dalšími právními předpisy.
- 3 Licenční smlouva byla uzavřena na základě svobodné a pravé vůle smluvních stran, s plným porozuměním jejímu textu i důsledkům, nikoliv v tísní a za nápadně nevýhodných podmínek.
- 4 Licenční smlouva nabývá platnosti a účinnosti dnem jejího podpisu oběma smluvními stranami.

V Brně dne: 26. 5. 2008

.....
Nabyvatel

.....
Autor

Abstrakt:

Předkládaná práce si klade za cíl seznámit čtenáře se základními technologiemi výroby MEMS (Mikro – elektro – mechanických systémů). Jsou zde popsány vlastnosti a výroba uhlíkových nanotrubic, které jsou použity při výrobě kapacitního tlakového senzoru. Hlavním cílem je popis principu a výroba kapacitního tlakového senzoru skládajícího se z elastické elektrodové membrány a elektrody pevné, opatřené polem uhlíkových nanotrubic. Pro zjištění vlivu změny na výslednou kapacitu jsou na elastické elektrodě použity různé materiály tenkých vrstev např. CNTs, Au, Fe, atd. Při působení tlaku mění membrána vzdálenost mezi elektrodami a tím způsobí změnu kapacity. Pro zvětšení akumulovaného náboje a tím zvětšení kapacity se používá pole uhlíkových nanotrubic. Kapacita je měřena na velmi přesném RLC metru Agilent 4284A.

Abstract:

The project directs attention to manufacture MEMS (Micro Electro-Mechanical Systems) like lithography, deposition of thin films and etching. There is mentioned properties and manufacturing of CNTs (Carbon nanotubes) in this work too. The main goal of this thesis is to introduce manufacturing of capacitance pressure sensor using carbon nanotube (CNTs) thin film. The sensor consists of two electrodes; elastic electrode as a membrane and solid electrode with field of CNTs. On the solid electrode is applied different variation of thin films materials like CNTs, Au, Fe, etc. Applied pressure deflects the anode membrane so that the distance between electrodes is smaller and value of capacitance is higher. CNT arrays on electrodes may increase the accumulated electric charge which causes capacitance value got higher (1). Whole sensor is measured by the aid of RLC meter Agilent 4284A.

Klíčová slova:

Mikro-elektro-mechanické systémy, litografie, leptání, depozice, uhlíkové nanotrubic, depozice z plynné fáze, depozice z pevné fáze, skenovací elektronový mikroskop.

Keywords:

Micro – electro – mechanical - systems, lithography, etching, deposition, carbon nanotubes, plasma enhanced chemical vapour deposition, physical vapour deposition scanning electron microscopy.

Bibliografická citace díla:

ŠEDA, M. *Tlakový senzor typu MEMS využívající nanokompozity*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2008. 57 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Richard Ficek.

Prohlášení autora o původnosti díla:

Prohlašuji, že jsem tuto vysokoškolskou kvalifikační práci vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce, s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury. Jako autor uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této diplomové práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení § 152 trestního zákona č. 140/1961 Sb.

V Brně dne 26. 5. 2008

.....

Poděkování:

Děkuji vedoucímu diplomové práce Ing. Richardu Fickovi za metodické a cíleně orientované vedení při plnění úkolů realizovaných v návaznosti na diplomovou práci. Dále děkuji spolupracujícím členům Ústavu fyzikální elektroniky Přírodovědecké fakulty Masarykovy univerzity v Brně, kteří umožnili přístup do univerzitních prostor, a bez jejíž pomoci by nebylo možno dosáhnout cílů, jež byly uskutečněny. Jmenovitě bych chtěl poděkovat Mgr. Lence Zajíčkové Ph.D., Mgr. Ondřeji Jaškovi Ph.D., Mgr. Marku Eliášovi Ph.D. a Mgr. Pavlu St'ahelovi Ph.D. za pomoc při realizaci tohoto projektu.

Obsah

1	Úvod	- 8 -
2	Obecně o strukturách MEMS.....	- 9 -
2.1	<i>Výroba MEMS.....</i>	<i>- 9 -</i>
2.1.1	<i>Depozice tenkých filmů</i>	<i>- 9 -</i>
2.1.2	<i>Litografie</i>	<i>- 14 -</i>
2.1.3	<i>Leptací proces</i>	<i>- 17 -</i>
3	Uhlíkové nanotrubičky	- 18 -
3.1	<i>Struktura.....</i>	<i>- 18 -</i>
3.2	<i>Elektrické vlastnosti</i>	<i>- 19 -</i>
4	Výroba uhlíkových nanotrubic.....	- 21 -
4.1	<i>Mechanismus růstu CNTs.....</i>	<i>- 22 -</i>
4.2	<i>Výroba CNTs pomocí PECVD</i>	<i>- 22 -</i>
5	Diagnostika nanorozměrů.....	- 24 -
5.1	<i>Analýza CNTs pomocí SEM (Scanning Electron Microscopy).....</i>	<i>- 24 -</i>
5.2	<i>Analýza pomocí AFM.....</i>	<i>- 26 -</i>
6	Tlakový kapacitní senzor využívající CNTs	- 28 -
6.1	<i>Definice tlaku</i>	<i>- 29 -</i>
6.2	<i>Definice kapacity.....</i>	<i>- 29 -</i>
6.2.1	<i>Vliv CNTs na výslednou kapacitu</i>	<i>- 30 -</i>
6.3	<i>Konstrukce senzoru</i>	<i>- 31 -</i>
6.3.1	<i>Postup výroby elektrod</i>	<i>- 32 -</i>
6.3.2	<i>Analýza rychlosti leptání</i>	<i>- 35 -</i>
6.3.3	<i>Analýza rozměrů po leptání</i>	<i>- 38 -</i>
6.3.4	<i>Depozice tenkých vrstev Au, Fe</i>	<i>- 39 -</i>
6.3.5	<i>Spojování elektrod</i>	<i>- 40 -</i>
6.3.6	<i>Kontaktování senzoru</i>	<i>- 42 -</i>
7	Měření kapacitních senzorů.....	- 42 -
7.1	<i>Měření anodicky spájených senzorů.....</i>	<i>- 42 -</i>
7.2	<i>Měření senzorů spojených lepidlovou fólií.....</i>	<i>- 45 -</i>
8	Závěr	- 49 -
9	Literatura	- 50 -
10	Vysvětlivky	- 52 -
11	Seznam použitých zkratk.....	- 53 -
12	Seznam obrázků	- 54 -
13	Seznam tabulek	- 56 -

1 Úvod

Budoucnost součástek MEMS (Micro-electro-mechanical-systems) vyžaduje v porovnání se současným stavem zvýšení jejich výkonnosti a snížení rozměrů senzorů. Jednou z cest, jak toho dosáhnout, je monolitická integrace MEMS s řídicí elektronikou a obvody pro zpracování signálu na stejném substrátu. Nejen, že se tak zvýší výkon MEMS, ale sníží se i náklady na pouzdrění. Většina součástek MEMS dostupných dnes na trhu používá hybridní uspořádání vlastního systému a obvodu pro zpracování signálu. Tento modulární přístup umožňuje zkrátit čas pro vývoj. Umožňuje rovněž odděleně optimalizovat technologii integrovaného obvodu a systému MEMS. Na druhé straně náklady na montáž do pouzdra a vlastní zapouzdrění jsou vyšší v porovnání s monolitickým řešením. [1]

V teoretické části jsou stručně nastíněny základní technologické procesy při výrobě MEMS struktur jako je litografie, naprašování, napařování, chemické depozice, leptání atd.

Uhlíkové nanotrubičky dále CNTs (Carbon nanotubes) v dnešní době bezesporu patří mezi nejdiskutovanější materiály v oblasti mikroelektroniky, nanoelektroniky, v oblasti MEMS a NEMS. Jelikož i tento senzor využívá zvláštních elektrických a mechanických vlastností pole CNTs, věnuji jim zvláštní kapitolu.

V praktické části je detailně popsán princip a výroba použitých částí kapacitního tlakového senzoru typu MEMS. Zde jsou detailně popsány veškeré technologické postupy výroby jako jsou litografie, leptání, napařování a depozice CNTs pomocí plasmachemické depozice dále PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition) a postupy přípravy samotného senzoru pro budoucí měření. Za zmínku stojí i krátká kapitola o mechanismu růstu CNTs, která je nutná k pochopení principu depozice tenkých filmů CNTs polí. Pro zpestření je zde také věnován prostor pro popsání principu skenovacího elektronového mikroskopu dále SEM (Scanning Electron Microscopy), který byl použit pro analýzu tenkého filmu z pole CNTs, doplněný příslušnými snímky.

Samotnému sledování a měření kapacity je věnován konec této kapitoly. Výsledky měření, analýzy a výskyt daných problémů jsou navíc vždy stručně shrnuty vždy na konci dané kapitoly.

Závěrem práce celkově shrnuji získané výsledky a také nedostatky, které se v průběhu výroby, analýz a samotného měření objevily. Jsou zde nastíněna již realizovaná řešení vyskytujících se problémů, které ale z časových důvodů přesahují rámec této práce.

Ještě je nutno podotknout, že tato diplomová práce je součástí pětiletého projektu průmyslového výzkumu a vývoje na téma: Výzkum nových mechatronických struktur MEMS využitelných pro měření tlaku, který byl zahájen v roce 2007. Nelze proto očekávat, že výstupem diplomové práce bude finální výrobek, který bude možné prodávat.

2 Obecně o strukturách MEMS

MEMS senzory jsou taková zařízení, která v sobě integrují odpovídající mechanickou část (deformační člen) a elektrickou část, která danou veličinu přímo převádí na její odpovídající elektrickou veličinu. Zatímco elektronické součástky jsou vytvářené sekvencemi procesů pro výrobu integrovaných obvodů např. CMOS (Complementary Metal Oxid Semiconductor), Bipolární nebo BICMOS (Bipolar CMOS) procesy, mikromechanické součásti jsou vytvořené prostřednictvím technologií různého selektivního leptání nebo implementováním dalších vrstev. Budoucnost součástek MEMS spočívá v dosažení plně monolitické integrace MEMS s řídicí elektronikou a obvody pro zpracování signálu na stejném substrátu a pomocí stejných technologií tzn. bez nutnosti přidávat další vrstvy jiného složení. Plně monolitické řešení má své přednosti v miniaturizaci a zlevnění maximální výroby díky snížení počtu výrobních kroků. [2,3]

2.1 Výroba MEMS

Obecně lze pod pojem mikroelektronické technologie zahrnout oblast návrhu, konstrukčního řešení, výrobních procesů a použitých materiálů a součástek mikroelektronických zařízení. V užším významu jsou pod pojmem mikroelektronické technologie chápány výrobní procesy a technologie výroby mikroelektronických zařízení. Výroba MEMS je založena na mnoha nástrojích a metodách, které jsou využívány k formování malých struktur o velikostech řádu mikrometrů. Většina metod byla převzata nebo upravena z výroby integrovaných obvodů. Mikroelektronické technologie lze rozdělit na polovodičové a vrstevové, které se dále dělí na technologii tlustých vrstev a technologii tenkých vrstev. [2,3]

2.1.1 Depozice tenkých filmů

Jedním ze základních stavebních bloků v technologii MEMS je schopnost deponovat tenké vrstvy na základní substrát. Obecně můžou být depoziční technologie rozděleny do dvou skupin:

1. Depozice na základě chemické reakce.

Mezi ně patří:

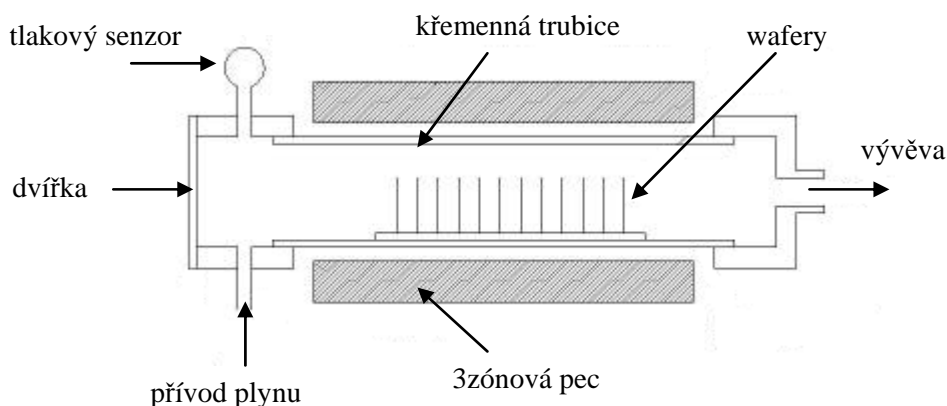
- CVD (Chemical Vapor Deposition) depozice z plynné fáze
- Elektrodepozice
- Epitaxe
- Termální oxidace

Tyto procesy využívají vytvoření pevného materiálu z chemických reakcí v plynných nebo kapalných směsích nebo s reakcí přímo se základním materiálem (substrátem). Vytvořený pevný materiál ovšem není jediný, který vznikne při chemické reakci. Vedlejšími produkty mohou být plyny, kapaliny či jiné pevné látky. [4]

Depozice z plynné fáze CVD (Chemical Vapour Deposition)

V tomto procesu je substrát umístěn uvnitř reaktoru, kam je přiváděno množství plynů. Základním principem tohoto procesu je, že chemická reakce se odehrává mezi vháněnými plyny. Výsledkem potom je pevný materiál se shluky po celém povrchu substrátu.

Nejvíce důležitými technologiemi v oblasti MEMS jsou nízkotlaké CVD (Low Pressure CVD) a PECVD (Plasma Enhanced CVD). PECVD produkuje vrstvy s prvotřídní uniformitou tloušťky povrchu při zachování materiálových vlastností. Nevýhodou ovšem jsou vysoké depoziční teploty a nízká míra depozice. Naopak výhodou PECVD procesu je, že může pracovat při nízkých teplotách díky přídavné energii dodávané molekulám plynů pomocí plasmu uvnitř reaktoru. O PECVD technologii je velice podrobně pojednáno v kapitole 4.2, kde je detailně popsán způsob depozice CNT polí, které využívá námi navrhovaný senzor. Na obr. 2-1 je schematicky znázorněn způsob depozice pomocí LPCVD. [4]

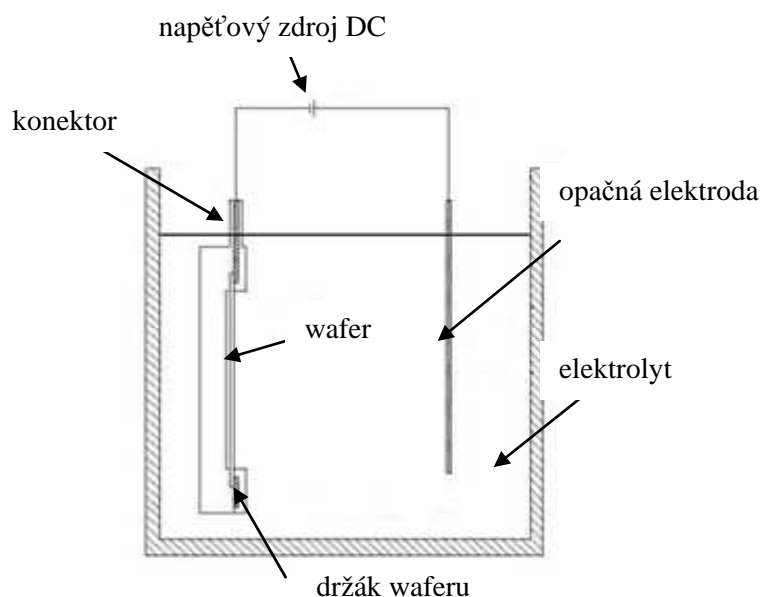


Obr. 2-1: Principiální schéma CVD reaktoru [4]

Elektrodepozice

Tato elektrochemická technika nanášení vrstev se jinými slovy také nazývá elektroplátování „Electroplating“. Substrát se vloží do roztoku (elektrolytu) a při přiložení napětí začne mezi povrchem vodivého substrátu (katoda) a opačnou elektrodou (anoda) probíhat oxidačně redukční procesy. Samotná depozice se vytváří na katodě, kam ionty kovů s kladným nábojem přicházejí vlivem intenzity pole. Daný materiál může být obsažen v roztoku, kde se vyskytují ionty kovů nebo se rozpouštějí z anody.

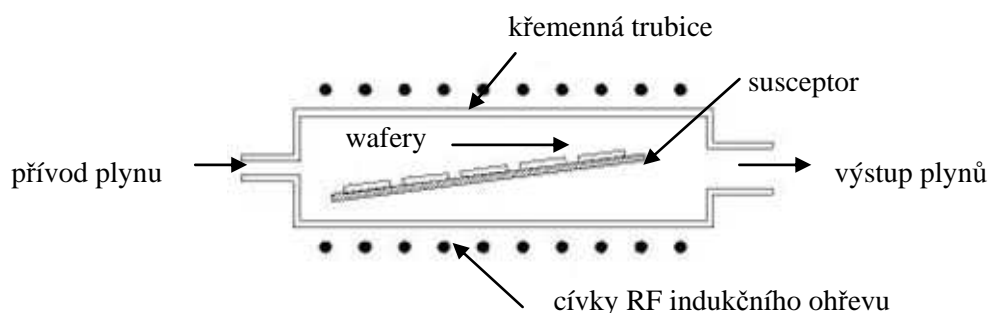
Tato technika slouží převážně pro depozici kovů právě díky jejich dobré vodivosti a je vhodná spíše pro depozici silnějších vrstev materiálů. Techniku lze využít i pro vytvoření oxidových vrstev, kdy se nejprve nanese vrstva kovu a poté se termicky oxiduje. Teplota a doba oxidace určuje tloušťku oxidové vrstvy. [2,4]



Obr. 2-2: Příklad zařízení pro elektrodpozici [4]

Epitaxe

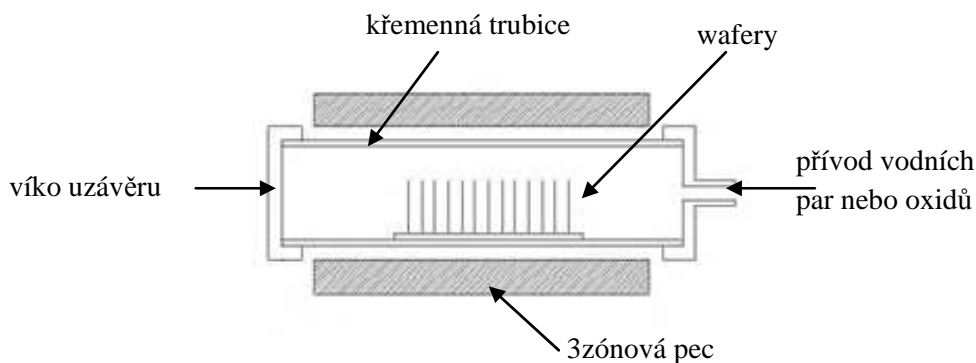
Tento technologický proces je podobný procesu CVD za předpokladu, že substrátem je pravidelný krystal polovodiče (Si, GaAs). S tímto procesem je možné pokračovat ve vytváření vrstev na substrátu se stejnými krystalografickými, chemickými, fyzikálními a elektrickými parametry. Substrát zde hraje roli zárodečného krystalu pro depozici. Pro epitaxní růst se používá několik technologií. Nejdůležitější dvě jsou však VPE (Vapour Phase Epitaxi) epitaxe s plynné fáze a LPE (Liquid Phase Epitaxi), epitaxe z tekuté fáze. [4]



Obr. 2-3: Principiální schéma epitaxního reaktoru [4]

Termální oxidace

Tento proces je jeden z nejzákladnějších depozičních technologií. Jedná se o oxidaci povrchu substrátu v atmosféře bohaté na oxidy při zvýšené teplotě 800°C až 1000°C pro urychlení procesu. Při tomto procesu se na povrchu částečně spotřebovává část materiálu tvořící substrát. Při oxidaci povrchů cca do tloušťky 100 nm je vztah mezi časem a tloušťkou lineární. Ovšem pro tloušťky víc než 100 nm začíná být vztah parabolický a čas pro oxidaci se rapidně zvětšuje. [4]



Obr. 2-4: Schéma reaktoru pro termální oxidaci [4]



Obr. 2-5: Komora pro termální oxidaci

2. Depozice na základě fyzické reakce.

Mezi ně patří:

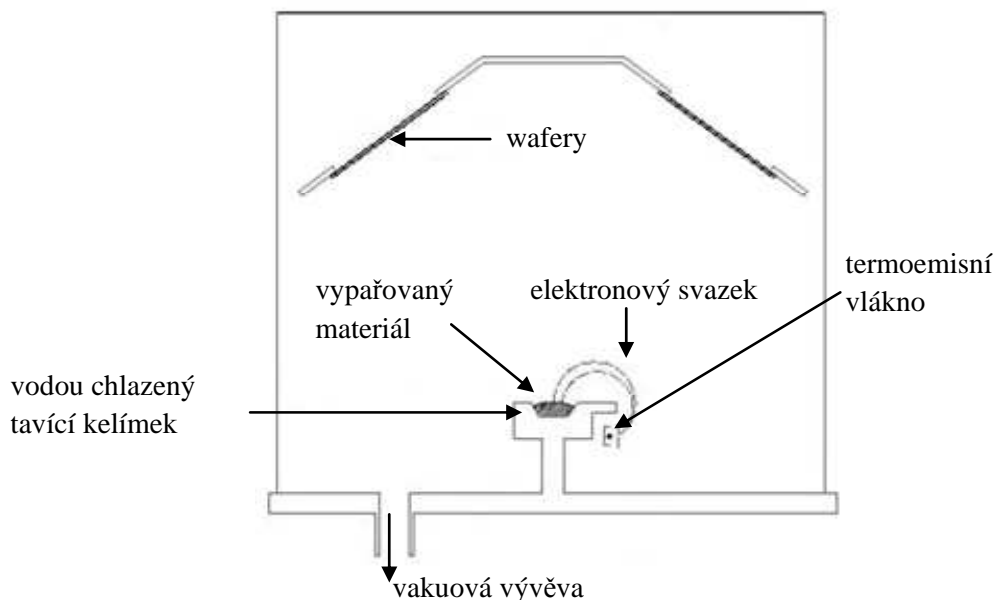
- PVD (Physical Vapor Deposition) nanášení odpařením z pevné fáze.

Základem procesu je, že deponovaný materiál je fyzicky přenesen na povrch materiálu. Řečeno jinými slovy zde neexistuje chemická reakce, která vytváří materiál na základním materiálu. [2,4]

Napařování

V procesu napařování je substrát vložen do vakuového uzavřeného systému, kde je také umístěn materiál, který má být napařován. Fyzikální podstatou je uvolňování molekul napařovaného materiálu důsledkem jeho zahřívání v uzavřeném systému. V něm se ustaví rovnovážný tlak nasycených par. Dojde-li k porušení rovnováhy systému v uzavřeném prostoru a v určitém místě je teplota nižší, dochází v tomto místě ke kondenzaci par. Tím se vytvoří podmínky pro přenos materiálu z místa s nejvyšší teplotou tj. výparníku do místa s nižší teplotou tj. substrátu. Zahřívání a následné vypařování materiálu většinou probíhá za pomoci elektronového paprsku „e-beam evaporation“ nebo pomoci odporového zahřívání „resistive evaporation“. Při napařování elektronovým paprskem je parsek ohýbán a směřován na místo napařovaného materiálu, kde způsobí lokální ohřev a tím vypařování materiálu. Zdroj paprsku je záměrně umístěn pod materiálem, aby nedocházelo k jeho zanesení

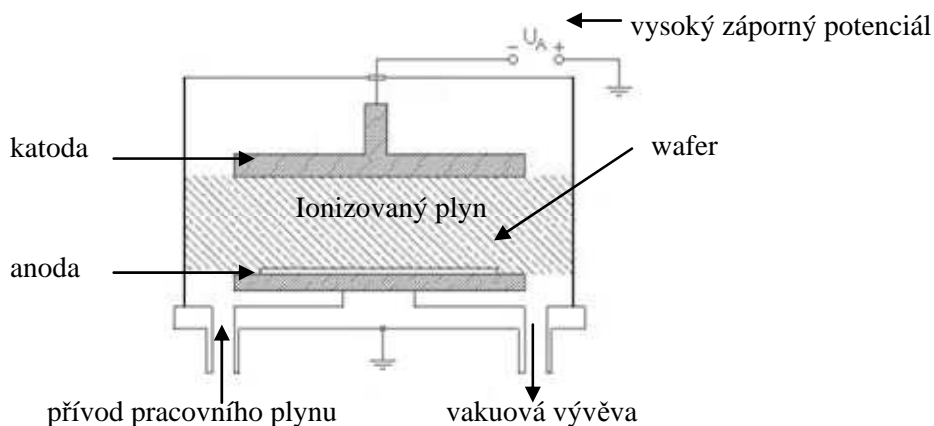
odpařeným materiálem. Při odporovém napařování je wolframová lodička obsahující daný materiál zahřívána průchodem vysokého proudu způsobující odpařování. Při volbě způsobu napařování je u mnoha materiálů omezujícím faktorem teplota skelného přechodu. (např. hliník jde velmi těžko odporově napařovat). [4]



Obr. 2-6: Systém pro napařování elektronovým paprskem [4]

Naprašování

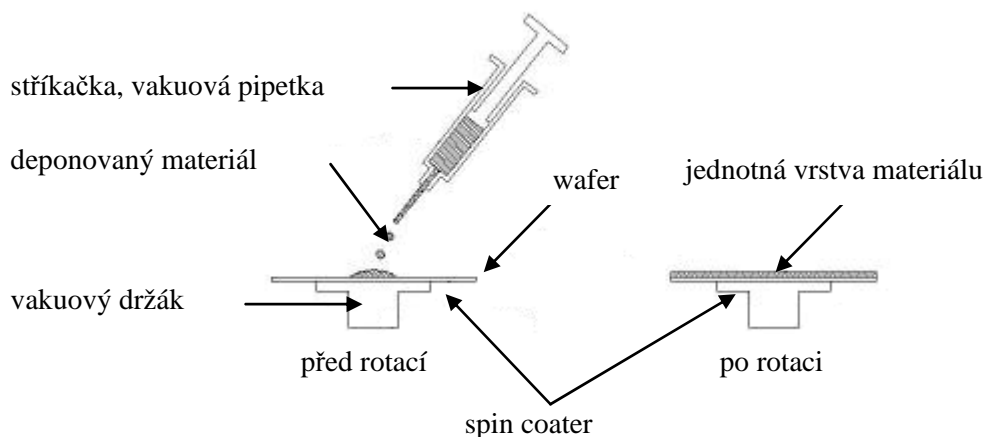
Je to způsob nanášení materiálu založeném na fyzikálním ději využívající uvolňování částic materiálu umístěného jako katoda, který se nachází v uzavřeném systému, v němž působí doutnavý výboj za přítomnosti přiváděného inertního plynu při sníženém tlaku v tomto prostoru. V doutnavém výboji není potenciál mezi elektrodami rozložen rovnoměrně, ale vytváří u katody strmou část - katodový spád. V důsledku katodového spádu jsou přiváděné kladné ionty inertního plynu urychlovány tak, že „bombardují“ katodu a vyrážejí z ní částice naprašovaného materiálu, jenž se šíří prostorem a usazuje se na vhodně umístěných místech. Rychlost naprašování roste s atomovou hmotností a je tedy různá pro různé materiály. [4]



Obr. 2-7: Systém pro vakuové naprašování [4]

Nanášení

V tomto procesu je materiál, který má být deponován rozpuštěn v tekutém rozpouštědle. Roztok poté může být na povrch aplikován pomocí spreje nebo odstředivým litím na spin coateru. Poté co se roztok odpaří, zůstane na povrchu tenký film příslušného rozpuštěného materiálu. To je zvláště vhodné pro polymerní materiály, které se snadno rozpouští v organických rozpouštědlech. Tento proces se používá při aplikaci fotorezistu (fotolaku) při litografii. [4]



Obr. 2-8: Způsob nanášení filmů pomocí odstředivky [4]



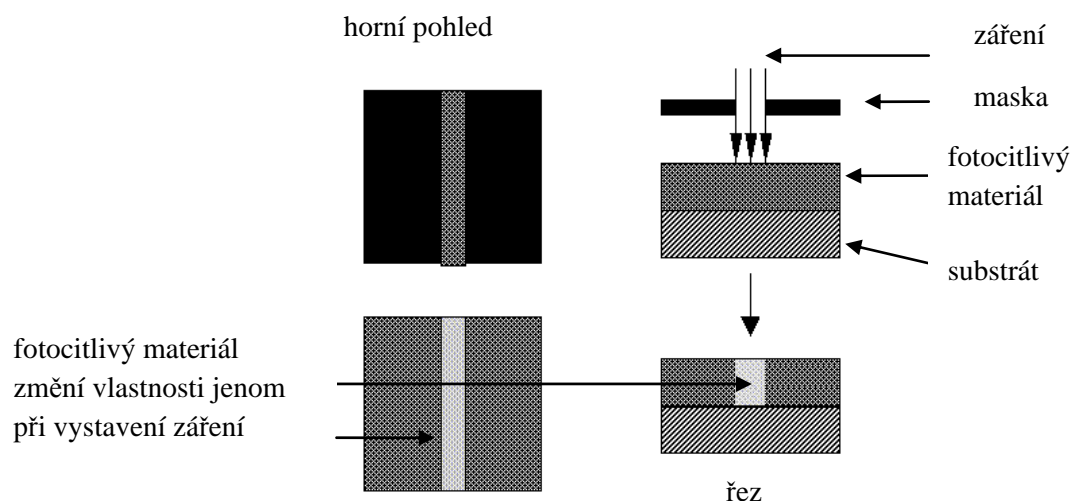
Obr. 2-9: Spin coater a vyhřívná plotýnka v čistých prostorech

2.1.2 Litografie

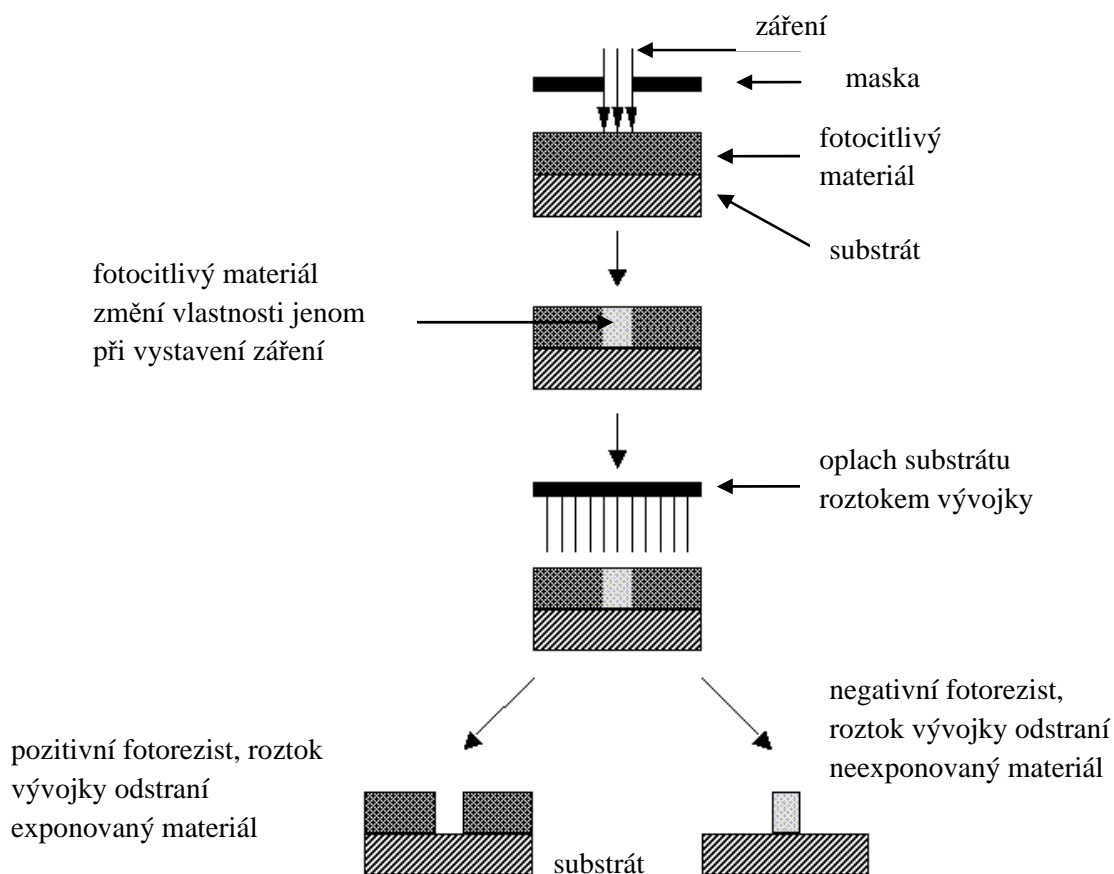
Litografie je metoda hromadného chemicko – fyzikálního zpracování povrchů používaná především při vytváření polovodičových struktur (např. integrovaných obvodů). Využívá se tam, kde je potřeba zpracovat jen určitou část povrchu (zpravidla i dost složitě tvarovanou).

Materiál, na jehož povrchu se bude vytvářet daný motiv, se vhodně upraví (leptání, broušení, oxidace apod.). Poté je na něj nanesena tenká vrstva např. fotorezistu, což je

chemická substance, která má citlivost na určitý podnět takového druhu, že se změní její rozpustnost v určitém rozpouštědle. Například může být citlivá na světlo nebo elektrony, které v místě dopadu vytvoří nový typ vazby (nebo naopak vazby rozruší). [2,5]



Obr. 2-10: Přenos vzoru na fotocitlivý materiál [5]

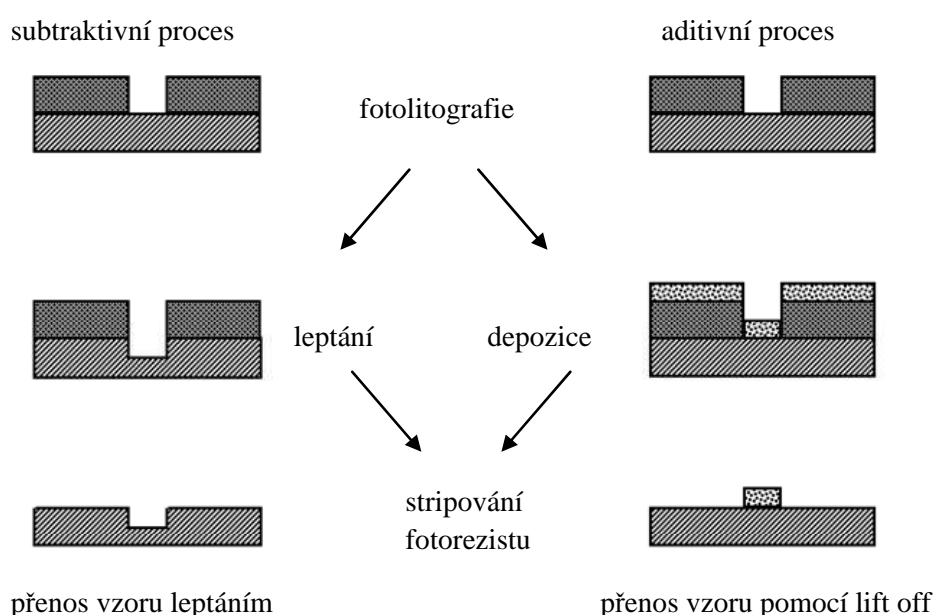


Obr. 2-11: Rozdíl mezi pozitivním a negativním fotorezistem [5]

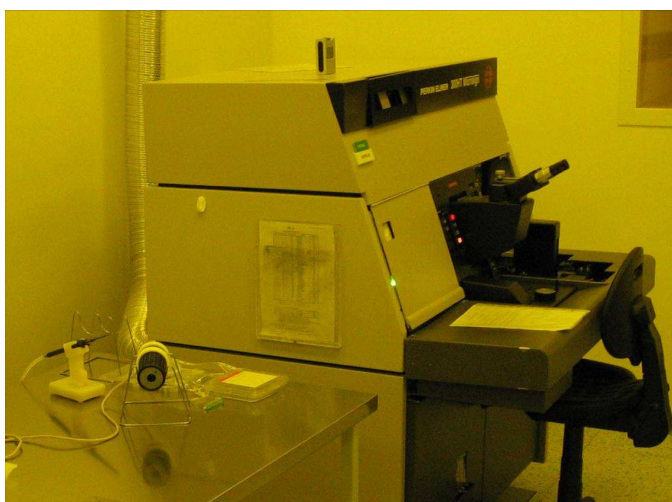
Fotorezisty existují dvojího typu a to negativní a pozitivní. U negativního fotorezistu se exponovaná část více chemicky zpevní, tj zesílí a zbytek fotorezistu se za působení leptadla odstraní. Druhý je analogicky označován jako pozitivní fotorezist, u kterého se v

exponovaných v místech působení zdroje záření poruší chemické vazby, a ty se za působení leptadla odstraní. [2,5]

Po odstranění exponovaného (neexponovaného, podle typu) fotorezistu nám zůstane maska s odkrytými místy na povrchu základního substrátu. Tato odkrytá místa už můžeme nadále zpracovávat dalšími technologickými postupy (např. leptání, iontová implantace). Maska je ve většině případů dočasná a slouží pro zpracování vrstvy nacházející se pod ní. Tuto vrstvu můžeme buď leptat, nebo můžeme přes masku fotorezistu na tuto vrstvu deponovat určitý materiál *lift off* technologie. Podmínkou je, aby zbylý fotorezist tvořící masku pro další postupy byl vůči těmto technologickým operacím nepropustný (odolný). Po ukončení všech potřebných technologických procesů se jako poslední fáze provede odstranění fotorezistu a vyčištění povrchu. [2,5]



Obr. 2-12: Rozdíl mezi procesem leptání a lift off [4]



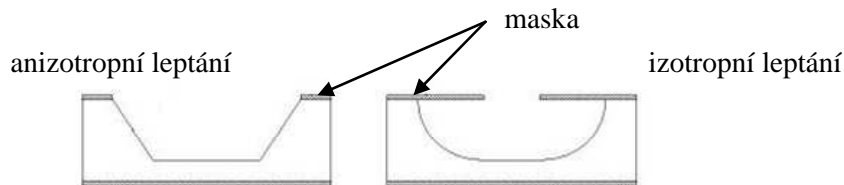
Obr. 2-13: Litograf Perkin – Elmer (PE34HT) „clean room“

2.1.3 Leptací proces

Obecně existují dva typy leptacích procesů:

1. Mokré leptání

Jedná se o nejjednodušší leptací proces, při němž je materiál rozpuštěn ponořením do chemického roztoku v podobě silných kyselin nebo zásad, které v nechráněných částech povrchů základního materiálu, vyleptají předem vytvořený vzor (např. pomocí fotorezistu). Je nutné zajistit, aby maska byla odolná (nerozpustná) vůči leptadlu nebo se přinejmenším odleptala pomaleji, než leptaný materiál. Podle struktury leptaného materiálu a druhu leptadla nám vznikají dva způsoby průběhu leptání, které se dělí na izotropní a anizotropní. Izotropní leptání leptá ve všech směrech stejně rychle, zatímco u anizotropního leptání je rychlost ve vertikálním a horizontálním směru odlišná. Krystalografická struktura křemíku v tomto případě vytváří anizotropní leptání. Tohoto způsobu leptání je použito v případě vytvoření funkční struktury MEMS na základním substrátu Si právě anizotropní leptání, které provádíme ještě před samotnou depozicí tenkých filmů (pole CNTs). [6]



Obr. 2-14 Rozdíly ve způsobu leptání mezi anizotropním a izotropním leptáním [6]

2. Suché leptání

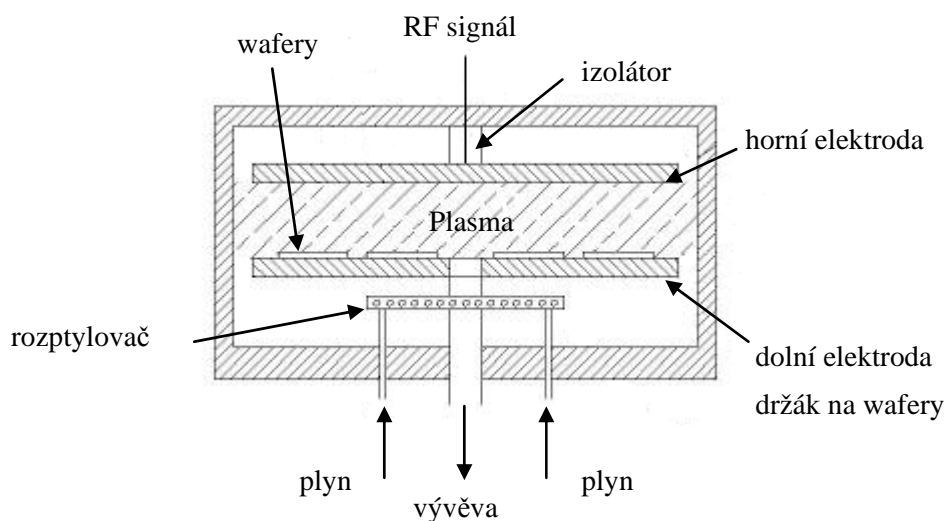
Je to proces, kde je materiál rozprašen nebo rozpuštěn za použití reaktivních iontů nebo leptadla v plynné fázi. [2,6]

Technologie suchého leptání se může rozdělit do tří oddělených tříd.

- Leptání pomocí reaktivních iontů RIE „Reactive Ion Etching“
- Odprašování
- Leptání z plynné fáze „Vapour phase etching“

V leptání RIE je substrát umístěn v reaktoru, kam je přivedeno několik plynů. Plasma je v této směsi plynů zapáleno s použitím RF (Radio Frequency) zdroje, které rozbíjí molekuly plynů na ionty. Ionty jsou dopředně urychlovány ve směru povrchu substrátu, kde reagují s materiálem povrchu, který má být leptán, přičemž se vytváří další plynný materiál. Toto je známo jako chemická část reaktivního leptání. Existuje však i fyzická část leptání. Pokud ionty mají dostatečně vysokou energii, můžou vyrazit atomy leptaného materiálu, aniž by došlo k chemické reakci. Nastavení rovnováhy mezi fyzickým a chemickým leptáním je velmi složité a vyžaduje změnu mnoha parametrů. Změnou rovnováhy však můžeme měnit vliv anizotropie leptání, protože chemická část je izotropní a fyzická část je vysoce anizotropní. [6]

Odprašování je v podstatě RIE bez reaktivních iontů. Tento systém využívá velmi podobné zařízení jako naprašování s tím rozdílem, že nyní je substrát přímo předmětem „bombardování“ místo materiálu, který je terčem při naprašování. [6]



Obr. 2-15 Typický systém paralelního reaktivního iontového odprašování [6]

3 Uhlíkové nanotrubičky

Uhlíkové nanotrubičky objevil Sumio Iijima při studiu uhlíkových vláken. CNT je vlastně vrstva či pás, v literatuře označován jako graphene, tvořený vzájemně vázanými atomy uhlíku, srolovaný do tvaru dutého válce. Stejně jako u tuhy a fullerenu, atomy uhlíku tvoří šestiúhelníkovou síť.

Uhlíkové nanotrubičky můžeme rozdělit na jednostěnné (dále jen SWCNTs – Single-Wall Carbon Nanotubes) s průměrem od 1 do 1,5 nm a mnohostěnné (dále jen MWCNTs – Multi-Wall Carbon Nanotubes) s průměrem v rozsahu od 5 nm s typickou délkou řádově desítky až stovky mikrometrů. Konce válců mohou být otevřené nebo každý konec může tvořit polovina molekuly fullerenu C_{60} . MWCNTs jsou tvořeny několika pevně a těsně do sebe vsunutými jednostěnnými nanotubicemi. Často se také setkáváme s vlákny tvořenými šestiúhelníkově uspořádanými svazky jednostěnných nanotubic. [7,8]

3.1 Struktura

Struktura SWCNTs může být chápána jako srolovaný, bezešvý, grafenový list. Grafenový list obsahuje šestihrannou mřížku, v jehož vrcholech jsou atomy uhlíku. Průměr CNTs je silně závislý na velikosti katalytických částic z nichž jsou CNTs vyráběny. Rozříznutím strukturu podél osy trubice a rozvinutím do 2D listu, můžeme zjistit *chirální vektor* CNTs. Tento parametr má velký vliv na vodivost CNTs. Takto rozmotaný pás tvoří grafenový list, formován stejně jako na obr. 3-1, kde jedna strana listu se shoduje s přerušovanou čarou znázorňující osu trubice nalevo a druhá strana listu se shoduje s přerušovanou čarou znázorňující osu trubice napravo. Vektor nesymetrie C „chirální vektor“ se získá

spojením jednoho vazebního místa mřížky uhlíku na ose trubice nalevo s odpovídajícím vazebním místem mřížky uhlíku na ose trubice napravo, tvořící obvod kruhového průřezu nanotrubic. V tomto místě je počátek (0,0) a bod C odpovídá tomu samému místu na nanotrubici. Tento vektor C je určen dvojicí celých čísel (m, n) vztahujících se k jednotkovým vektorům a_1 a a_2 , kde

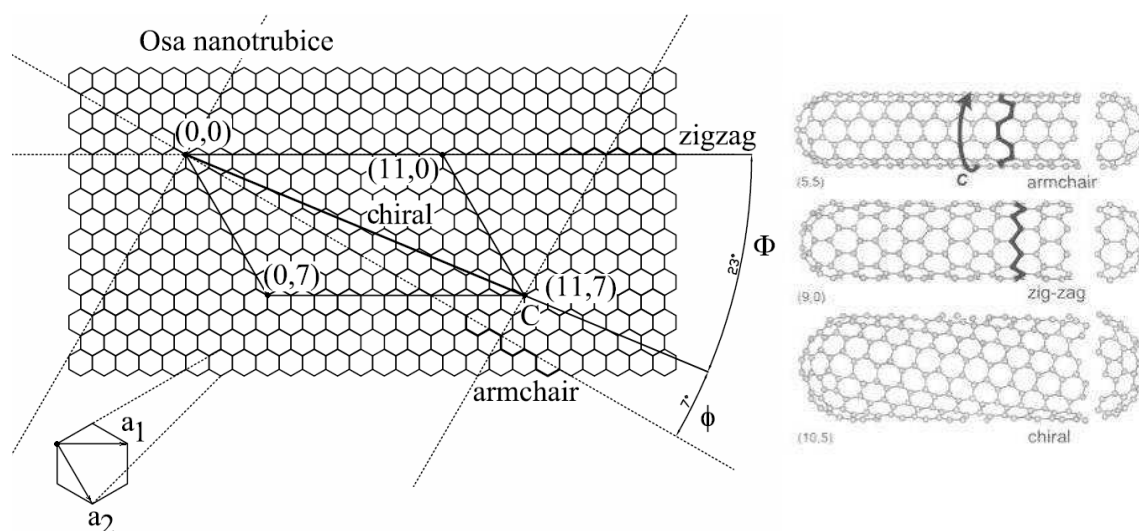
$$\vec{C} = n\vec{a}_1 + m\vec{a}_2 \quad (1)$$

Dále se určuje tzv. *chirální úhel* Φ , který svírají vektory C a a viz obr. 3-1. Pokud je n nebo m rovno nule, je *chirální úhel* $\Phi = 0^\circ$. Pak má nanotrubice tzv. *zig-zag* strukturu. Když se $n = m$, úhel činí 30° , struktura se nazývá *armchair*. Struktura nanotubic s chirálním úhlem mezi 0° a 30° se nazývá *chiral*. Tento úhel se vypočítá na základě rovnice (2) a podle konvence platí, že $n \geq m$. [7,10,12]

$$\Theta = \tan^{-1} \left(\frac{\sqrt{3}m}{(m+2n)} \right) \quad (2)$$

Mimo jiné můžeme také určit poloměr CNT ze vzorce

$$R = \frac{C}{2\pi} = \left(\frac{\sqrt{3}}{2\pi} \right) a \sqrt{n^2 + m^2 + mn} \quad (3)$$



Obr. 3-1 Rovinný grafitový list. Konstrukce CNTs může být dosaženo svinutím grafitového listu podél obalovacího vektoru C , tak že počáteční bod (0,0) se shoduje s bodem C , možné varianty vzniklých nanotubic podle srolování grafitového listu [7,8]

3.2 Elektrické vlastnosti

Jedinečné elektrické vlastnosti jsou dány rozměrem nanotrubic a uspořádáním atomů uhlíku v CNT. Každý atom v šestiúhelníkové mřížce vlastní 6 elektronů. Grafitová struktura atomu uhlíku má dva elektrony na orbitě $1s$, tři elektrony na orbitě $2sp^2$ a jeden elektron na orbitě $2p$. Tři elektrony orbity $2sp^2$ z třívazebné roviny grafenového listu, opouštějí nenasycenou π orbitu. Tato π orbita, kolmá k graphene listu čili k povrchu nanotrubic,

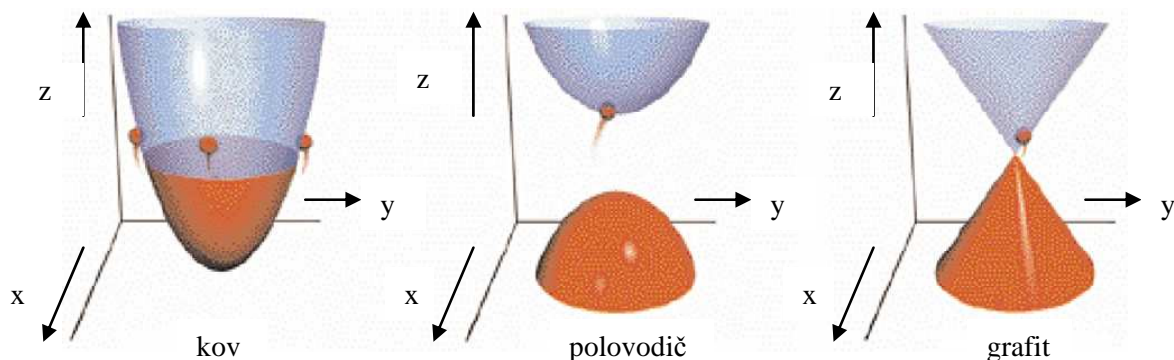
formuje delokalizovanou π síť napříč nanotubicí, která je odpovědná za její elektronické vlastnosti.

Uhlíkový atom na pozici r_s má nenasyčenou π orbitu popsanou vlnovou funkcí $\chi_{r_s}(r)$. Jestliže tyto atomy A a B nejsou nejbližšími sousedy, tak v těsné vazbě interakce mezi orbitami rozdílných atomů vymizí. Pro 2 – D energetické stavy grafenového listu byl odvozen vzorec

$$W_{2D}(k_x, k_y) = \pm \gamma_0 \left[1 + 4 \cos\left(\frac{\sqrt{3}k_x a}{2}\right) \cos\left(\frac{k_y a}{2}\right) + 4 \cos^2\left(\frac{k_y a}{2}\right) \right]^{1/2} \quad (4)$$

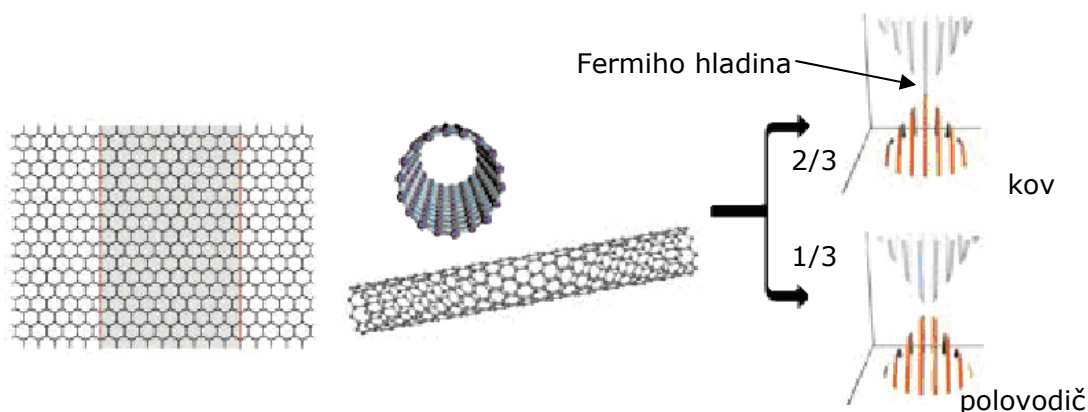
kde W_{2D} je energetický stav π elektronů grafenu vyjádřená jako funkce vlnových vektorů k_x a k_y a γ_0 je nejbližší přenos energie. Veličina a je rovinná mřížková konstanta a je rovna 0,246 nm. [8,9]

Většina elektricky vodivých materiálů jsou kovy, nebo polovodiče, ale grafit je *polokov* a pohybuje se na hranici mezi polovodičem a vodičem. Na obr. 3-2 jsou nakresleny energetické pásy kovů, polovodičů a grafitu, osy x a y jsou vlnové vektory k_x a k_y . Osa z představuje energetické hladiny. Červeně je vyznačen valenční pás, světle modrá barva znázorňuje pás vodivostní a mezeru mezi oběma pásy tvoří zakázaný pás. Kovy mají velký počet volných elektronů a prakticky žádný zakázaný pás, elektrony tudíž k přechodu do vodivostního pásu potřebují jen minimální energii. V polovodičích už elektrony k překonání zakázaného pásu potřebují odpovídající energii. Zvláštní uspořádání pásů má grafit díky polokovovému charakteru uhlíku. Vodivostní a valenční pásy jsou sic velmi blízko u sebe, ale díky jehlanovému tvaru se zde také uplatní oblast zakázaného pásu. [7,10]

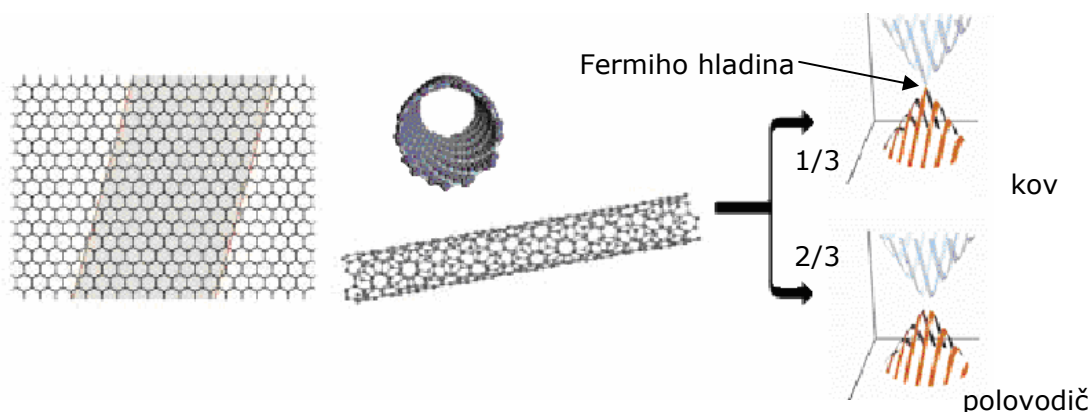


Obr. 3-2: Energetické hladiny kovu, polovodiče a grafitu [9]

Vodivé vlastnosti úzce souvisí s *Fermiho hladinou*. Vodivost CNTs je určena *chirálním* úhlem, tedy vektory a , C a velikostí jejich násobků, tedy čísla n , m . Na obr. 3-3 a obr. 3-4 jsou vidět grafenové pláště, ze kterých je nanotrubice utvořena, struktura a energetické pásy nanotubic. Na obr. 3-3 je přímá nanotrubice, kde je chirální úhel roven nule, ale na obr. 3-4 je zkroucená nanotrubice, kde je Φ přibližně 20° .



Obr. 3-3: Grafitový list. Struktura a energetické hladiny přímé nanotrubic [11]



Obr. 3-4 Grafenový list. Struktura a energetické hladiny kroucené nanotrubic [11]

Fermiho hladina na obr. 3-3 zapříčiňuje, že 2/3 přímých nanotubic jsou vodivé a tam kde chybí, se trubice chovají jako polovodiče. U zkroucených nanotubic vznikne *Fermiho hladina* asi u jedné třetiny, ve 2/3 případech mají nanotrubičky polovodičové vlastnosti obr. 3-4. Ještě nutno dodat, že v tomto případě mluvíme o SWCNTs. MWCNTs jsou všechny vodivé.

Vodivé vlastnosti úzce souvisí s *Fermiho hladinou*. Ideální bezztrátový přenos elektrické energie, přesněji řečeno balistická vodivost, je charakterizován *Landaeurovou vodivostí* danou vztahem [10, 11]

$$G = \frac{4e^2}{h} \quad (5)$$

kde e je elementární náboj a h je délka nanotrubic.

Z různých zdrojů vyplývá, že balistická vodivost se projevuje do délky několika mikrometrů. Při větší délce nanotrubic už musíme vzít v potaz také srážky, kterými jsou

1. srážky s nečistotou,
2. srážky s fononem,
3. srážky elektron – elektron.

4 Výroba uhlíkových nanotubic

S použitím vysoko teplotních metod, mohou být uhlíkové nanotrubičky vyráběny uhlíkovým vypařováním pomocí obloukového výboje nebo vypařením za pomoci laseru.

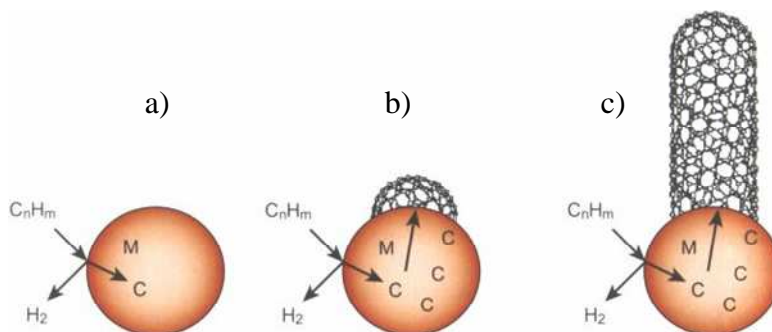
Alternativní metody výroby CNT jsou skryty pod názvem CVD. Do skupin CVD můžeme zařadit i metody nízkotlaké (*Low Pressure CVD*) nebo plazmou iniciované (PECVD). Jako výchozí látka u PECVD (reaktant) pro výrobu CNTs se používá směs CH_4 a H_2 v atmosféře Ar. Při nejnižším tlaku PECVD se pokusný katalyzátor (urychlující prvek) tenké vrstvy deponuje na substrát. [11,12,13]

4.1 Mechanismus růstu CNTs

Růst nanotrubic na katalyzátoru je velmi podobný tradiční interakci mezi plynem a pevnou látkou, jako v případě depozice tenkých filmů. Proces růstu lze shrnout do těchto fází:

1. Difúze prekursoru do tenké vazebné vrstvy nad substrátem.
2. Adsorpce reaktivních prvků na povrch substrátu.
3. Povrchové reakce vedoucí k vytvoření CNTs za produkce vedlejších plynných produktů.
4. Desorpce vedlejších plynných produktů z povrchu.
5. Rozptýlení vzniklého plynu skrze tenkou vazebnou vrstvu do okolí.

Při depozici MWCNTs pomocí PECVD metody je jejich růst následovný. Nejprve je uhlovodík rozložen na vodík a uhlík, který je potom „rozpuštěn“ v kovu obr. 4-1 a). Poté se uhlík začne srážet a vytvoří grafitový list. Protože kraje listu jsou nestabilní, vzniknou pětiúhelníkové defekty, vedoucí k vytváření zakřivené fullerénové čepičky obr. 4-1 b) což je také energeticky výhodnější. Poté, co se čepička zformuje, mohou se stát dvě věci. V prvním případě, kdy je do vazeb kov-uhlík uloženo více atomů uhlíku, vede k prodlužování fullerénové čepičky a růstu SWNT obr. 4-1 c). Ve druhém případě začne fullerénová čepička růst kolem nanočástice, pohltí ji a zabráni dalšímu růstu. [14,15,16]

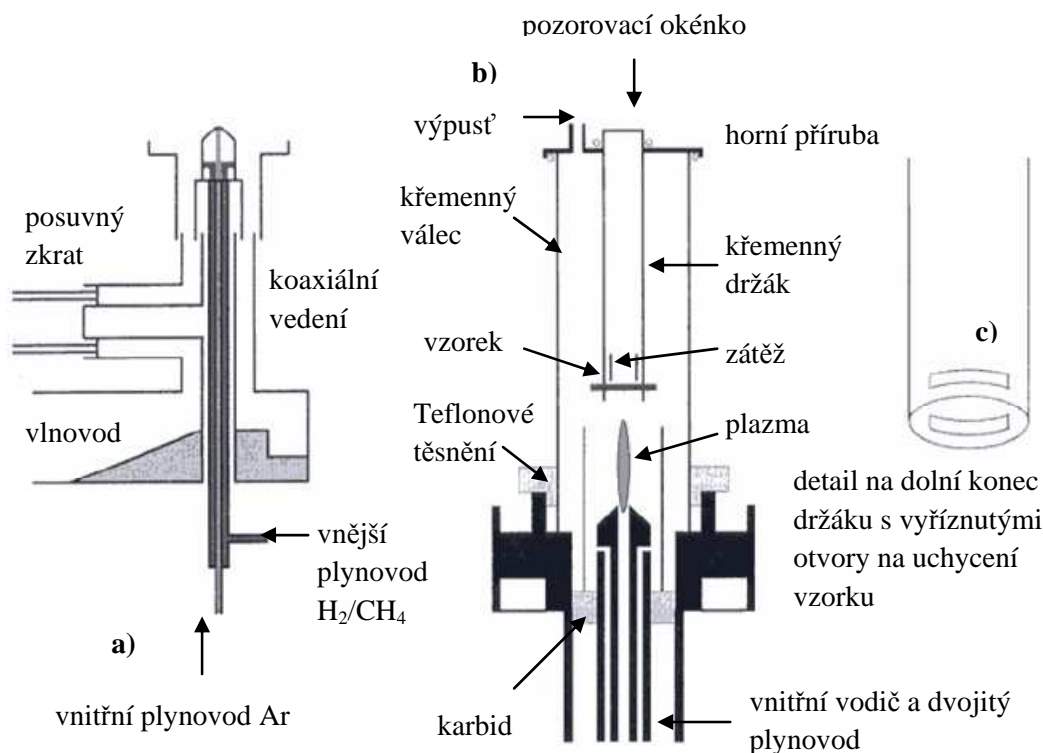


Obr. 4-1: Mechanismus růstu uhlíkových nanotrubic [14]

4.2 Výroba CNTs pomocí PECVD

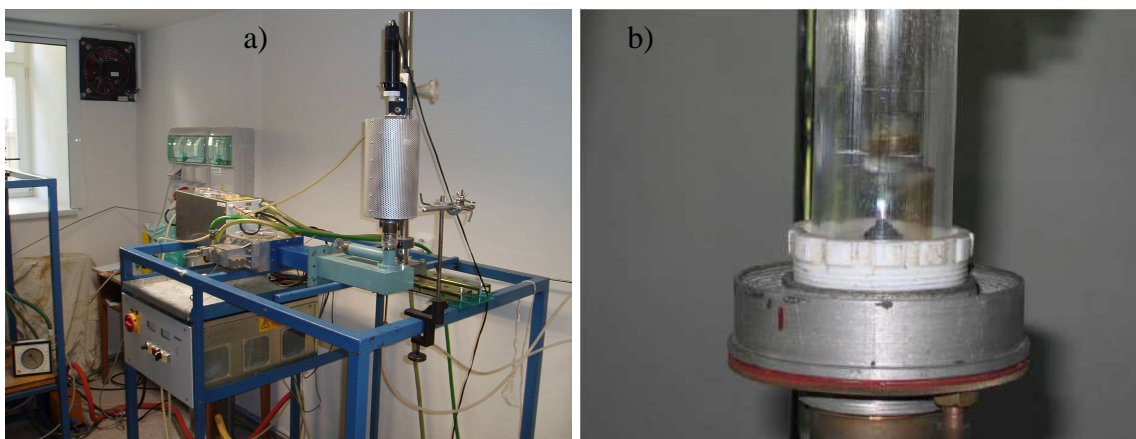
Celá aparatura pro syntézu uhlíkových nanotrubic použitých v tlakovém senzoru je na obr. 4-2. Mikrovlnný zdroj je napájen generátorem s průmyslovou frekvencí 2.45 GHz a výkonem 2 kW přes standardní obdélníkový vlnovod. Feritový cirkulátor chrání generátor proti odraženému výkonu tak, že odražený výkon přesměruje do vodní lázně. Na konci vlnovodu je širokopásmový přechod na koaxiální vedení prostřednictvím hřebenového vlnovodu. Přizpůsobení mezi impedancí plazmatu a mikrovlnného vedení je realizováno dvěma součástmi a to paralelním pahýlovým vedením zakončeným pohyblivým zkratem a

teleskopickou částí vedení s proměnnou délkou. Vnitřní vodič koaxiálního kabelu je dutá dvoustěnná trubka uzpůsobená k dvojitému toku plynu, na jejímž vrchu je upevněna dutá kuželovitá trysková elektroda. Tryska je zhotovená ze železa se středovým plynným průtokovým kanálem s průměrem 1 mm. Soubor děr ve vnější stěně trubky umožňuje oddělené dávkování plynu vnějším kanálem. Střední vodič vně středu trubky koaxiálního vedení je upevněn pomocí nitridu boru keramiky. Vnější vodič koaxiálního vedení je zakončen přírubou. [16,17,18]



Obr. 4-2: Blokové schéma částí reaktoru pro depozici uhlíkových nanotrubic [16]

Plazma expanduje z centrální trysky, která tvaruje hořící výboj. Křemenný válec s vnějším průměrem 40 mm, odděluje reakční komoru od okolní atmosféry. Spodní část je utěsněná teflonovou vložkou přiléhající na přírubu vnějšího koaxiálního vodiče. Vrchní část utěsňuje snímatelná příruba obsahující otvor pro odvod plynů a utěsněnou průchodku pro držák substrátu. Držák substrátu je křemenný válec, který má ve vnějším průměru 18 mm uchycený na vrchní přírubě. Válec je na vrcholu uzavřen křemenným oknem. Pohyblivé uchycení držáku pak umožňuje nastavit depoziční vzdálenost substrátu od trysky. V dolní části křemenného válce tj. v blízkosti trysky jsou proti sobě vyřezané dva zářezy. Substráty pro depozici ($15 \times 10 \text{ mm}^2$) jsou vloženy do těchto 1 mm širokých zářezů a zatíženy kouskem užšího křemenného prstenu s průměrem 200 mm. Skrze křemenný průhled a dutinku držáku lze měřit teplotu substrátu pomocí pyrometru Raytek Thermalert TX. Pyrometr měří při teplotách řádově 770 – 2270 K a jeho optika je zaměřena na 3 mm širokou plošku ve vzdálenosti 200 mm. Data ze snímače jsou přenesena do PC, z nichž jsou sestaveny teplotní profily pro danou depozici. [16,18,19,20]



Obr. 4-3: a) Aparatura pro depozici uhlíkových nanotrubic, b) hořící plazma v reaktoru vlevo

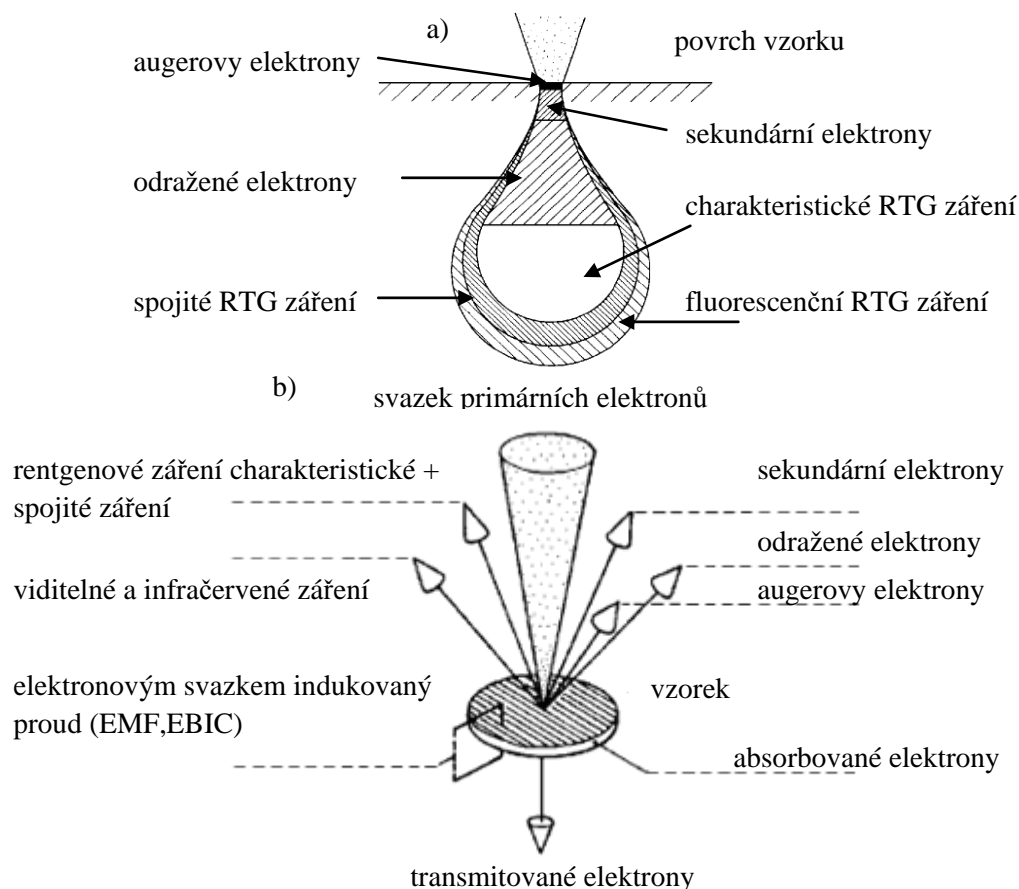
5 Diagnostika nanorozměrů

Pro zobrazování nanostruktur je třeba volit i vhodnou mikroskopickou metodu. Často potřebujeme zobrazit úspěšnost či neúspěšnost určitého pokusu či experimentu. K tomu nám však klasická optická mikroskopie nepomůže, poněvadž má svá omezení v celkovém zvětšení mikroskopu, které je dané vlnovou délkou světla, které se pohybuje (350 – 700 nm). K tomu nám slouží moderní mikroskopické metody.

5.1 Analýza CNTs pomocí SEM (Scanning Electron Microscopy)

Vzorky byly analyzovány na ÚPT AV ČR pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu. Činnost rastrovacího elektronového mikroskopu je založena na použití úzkého svazku elektronů. Tyto jsou získávány termoemisí z elektronového děla (katody), které je nejčastěji tvořeno wolframovým drátkem do tvaru „V“. Elektronový svazek s typickou energií pár set eV až 50 keV je přitahován a urychlován anodou a soustavou magnetických čoček je paprsek zaostřován tak, aby dopadal na vzorek s přesností až 1 nm. Tento paprsek je usměrňován pomocí dvou vychylovacích cívek tak, aby postupně po řádcích procházel zvolenou obdélníkovou oblast. Při dopadu primárních elektronů na povrch vzorku dochází k několika interakcím: k pružné interakci s jádrem atomu (elektron se odrazí, nebo odchylí do jiného směru bez ztráty své původní energie), k nepružné interakci (elektron předá část své pohybové energie a dále se pohybuje se zmenšenou pohybovou energií) a to jak s jádrem atomu, tak i s elektronovým obalem. Při těchto rozptylech se elektronový paprsek rozpadne a vytvoří oblast ve tvaru kapky viz. obr. 5-1 a), nazývanou interakční oblast, která má hloubku až 5 μm . Interakce s atomy v této oblasti vede následně k emisi sekundárních elektronů (dále jen SE), které jsou spolu se zpětně odraženými elektrony (dále jen BSE) zachycovány, aby vytvořili výsledný obraz. Aby elektrony vzájemně neinteragovaly s molekulami vzduchu, je třeba vzorek umístit do vakua při tlaku min. 10^{-2} Pa, standardně 10^{-5} Pa (pro biologické vzorky se používá volitelné vakuum asi 660 Pa tzv. „environmentální mikroskopie“). Výhodou SEM je jeho rozlišení, které se u běžných přístrojů pohybuje okolo 0.1 nm. Výhodou je též

velká hloubka ostrosti, která je několik mm. Mimo topologii povrchu vzorku, podává SEM i informaci o jeho materiálovém složení.

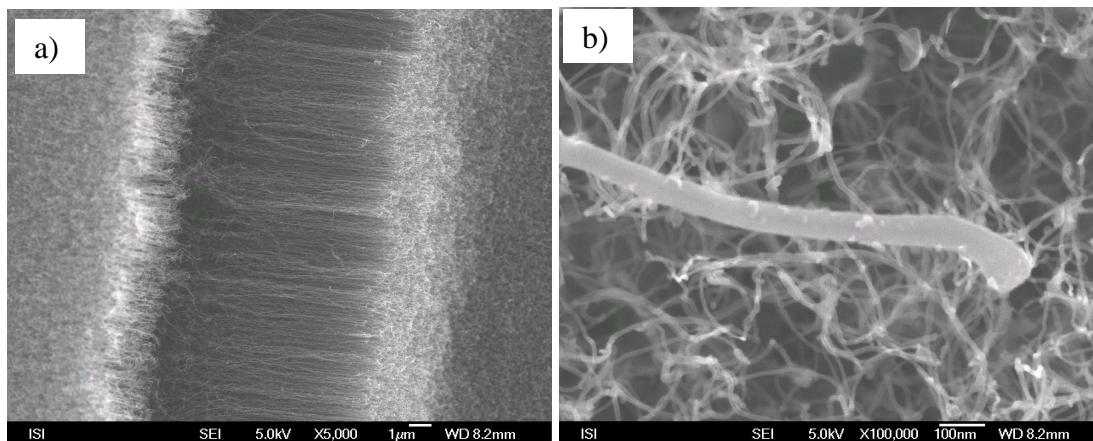


Obr. 5-1: a) Rozdíly ve velikosti vybuzeného objemu (strukturním rozlišením) pro jednotlivé signály, b) souhrn signálů, které vznikají při dopadu elektronového svazku na povrch materiálu (dole) [9]

Nejběžnější mód monitoruje především nízkenergetické (< 50 eV) sekundární elektrony. Díky své energii musejí tyto elektrony pocházet z oblasti několika nanometrů od povrchu vzorku. Tyto elektrony jsou přitahovány kladným nábojem detektoru a jsou detekovány scintilačním fotonásobičem. Světlost signálu závisí na počtu na počtu SE, které dosáhnou detektoru. Kromě SE elektronů je také možno snímat BSE elektrony. Tyto pak mohou být použity k detekci oblastí s různým chemickým složením zvláště pak v oblastech, kde se průměrné atomové číslo liší. BSE elektronů je však mnohem méně, než SE elektronů což je způsobeno tím, že většina primárních elektronů se ve vzorku odrazí do stran nebo projde vzorkem a jen malá část se odrazí zpět. Také detekce odražených elektronů pomocí pozitivně nabitého detektoru je velmi obtížná díky malým akceptačním úhlům těchto detektorů. Proto se většinou používá dodatečný detektor BSE, který se nachází přímo nad vzorkem, v jehož středu je otvor, kterým prochází primární svazek.

Celkové rozlišení SEM je závislé na velikosti oblasti dopadu primárních elektronů a dále pak na velikosti interakčního objemu nebo na míře, s jakou reaguje materiál s elektronovým svazkem. Obecně jsou však jak oblast dopadu, tak i interakční objem mnohem větší než

meziatomární vzdálenosti, takže rozlišení takové, aby zachytilo atomární rozměry, není nikdy možné. [17, 18, 19, 20]



Obr. 5-2: a) Pole uhlíkových nanotrubic zobrazených pomocí SEM, b) separovaná uhlíková nanotrubice

Z analýz uhlíkových nanotrubic viz. zobrazení výškového profilu na obr. 5-2 vyplývá že výška pole uhlíkových nanotrubic je v rozmezí 15 - 25 μm .

5.2 Analýza pomocí AFM

Pomocí mikroskopu AFM byly analyzovány vzorky pro odprašování katalické vrstvy Fe, pro přípravu katalyzátoru deponovaných CNTs viz. obr. 5-4.

Základem AFM je velmi ostrý hrot, který je upevněn na ohebném nosníku (z angl. *Cantilever*). Hrot je mírně vtlačován do vzorku a následkem působících sil je nosník ohnutý v souladu s *Hookovým zákonem*¹, který je definován:

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E}, \quad (6)$$

kde ε je poměrné délkové prodloužení, E je modul pružnosti v tahu (*Youngův modul*²), σ je mechanické napětí případně:

$$F = -k \cdot x, \quad (7)$$

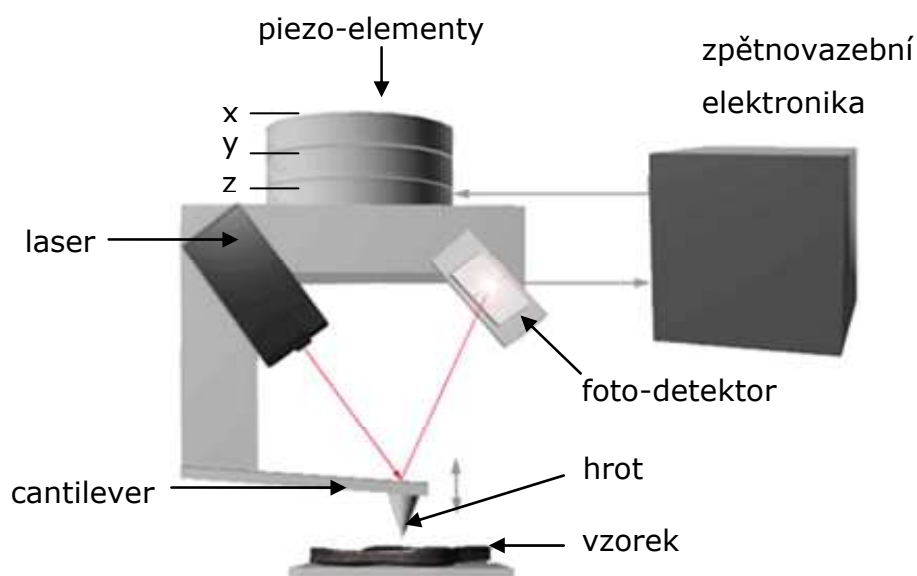
kde F je působící síla, k je konstanta pružnosti materiálu a x prodloužení materiálu.

Během měření se hrot pohybuje po povrchu vzorku v pravidelném rastru (skenuje) tak, že výška druhého konce nosníku je konstantní. Je-li povrch vzorku nerovný, má nosník v různých místech vzorku různou velikost ohnutí a sledováním závislosti ohnutí na poloze na vzorku můžeme sestavit zvětšený obraz vzorku.

Pokud by nerovnost vzorku byla příliš velká, dojde k poškození hrotu. Proto se častěji používá režim využívající *zpětné vazby*, tzv. *režim s konstantním ohnutím*, ve kterém se v každém bodě rastru porovná současná hodnota ohnutí s přednastavenou hodnotou, a pokud se liší, nosník s hrotem se přiblíží nebo oddálí od vzorku o takovou vzdálenost z , aby se hodnota ohnutí opět shodovala s přednastavenou hodnotou. Místo velikosti ohnutí se pak k sestavení obrazu použijí hodnoty z . Konstantní hodnota ohnutí zároveň znamená, že na vzorek působí

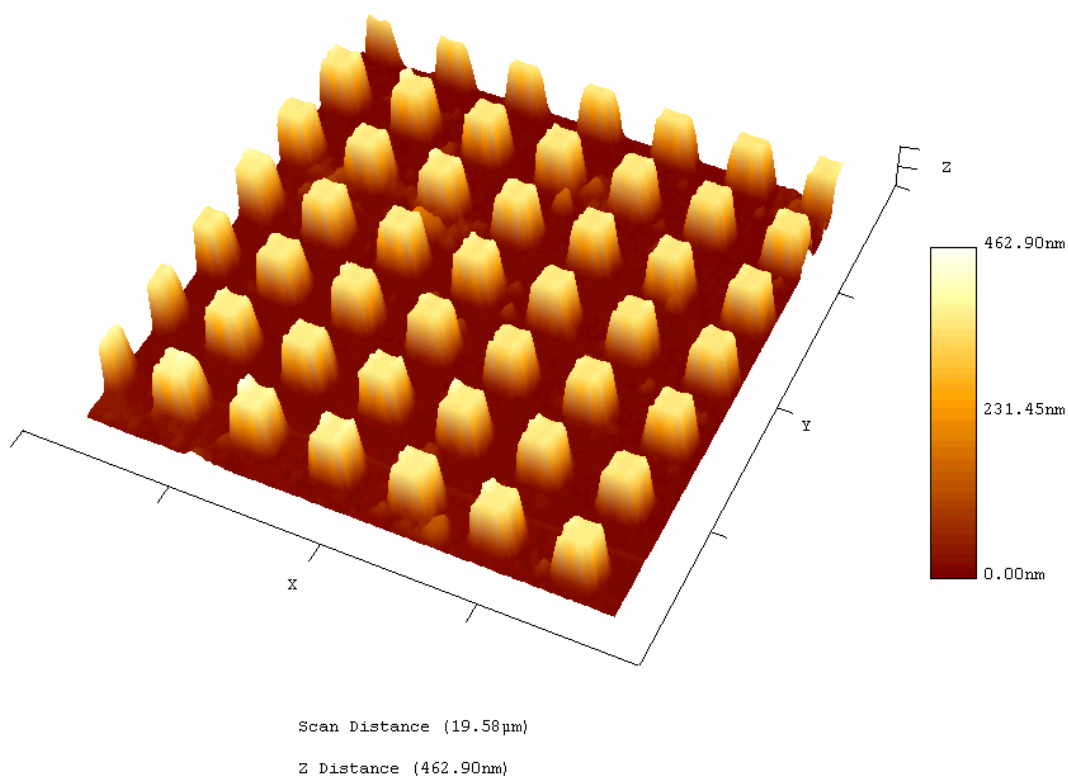
konstantní síla. Uvedený režim může zobrazovat i drsnější vzorky, ale je pomalejší (sběr obrázku trvá delší dobu).

Oba uvedené režimy, tzv. kontaktní, však mohou vést k poškození vzorku, protože během přesunu z jednoho bodu do druhého působí mezi hrotem a vzorkem velké třecí síly. Proto se používají tzv. *bezkontaktní režimy*, v nichž není mezi hrotem a vzorkem přímý mechanický kontakt. Hrot a vzorek na sebe působí především skrze *van der Waalsovu sílu*³. Protože tato síla je velmi malá, provozuje se bezkontaktní režim tak, že je nosník rozkmitáván a místo jeho ohnutí se měří velikost amplitudy. Protože velikost amplitudy závisí na vzdálenosti mezi hrotem a vzorkem, lze sledováním změn amplitudy sestavit obraz povrchu vzorku. Detekce ohnutí nosníku se provádí nejčastěji pomocí laseru. Laserový svazek z laserové diody se nechá dopadat na nosník, od něho se odráží podle zákona odrazu a dopadá na fotodetektor. Změní-li se ohnutí nosníku, změní se i úhel dopadu svazku na nosník a proto svazek dopadne do jiného místa fotodetektoru. Bude-li fotodetektor citlivý na místo dopadu svazku, může se z jeho výstupu určit ohnutí nosníku. Mikroskop je dále vybaven piezo-elementy, které po přivedení malého řídicího napětí ze zpětnovazební elektroniky, dokáží jemně ohýbat a posouvat hrotem po vzorku (ve všech směrech *x-y-z*). Tyto piezo-elementy jsou nejčastěji vyrobeny z $\text{PbZr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48}\text{O}_3$.



Obr. 5-3: Princip mikroskopu AFM [12]

Jelikož se u AFM nedetekuje tunelový proud, nýbrž velikost ohnutí (podobně jako gramofonová deska), dokáží AFM zobrazovat i nevodivé materiály, ovšem na úkor menšího rozlišení. Ještě nutno dodat, že AFM nevyžaduje pro pozorování vakuum, a tedy umožňují tzv. „*in vivo*“ pozorování. To je vhodné např. pro pozorování biologických vzorků. [17, 18, 19, 20]



Obr. 5-4: AFM snímek ostrůvků fotorezistu, který je vytvořen na katalycké vrstvě železa

6 Tlakový kapacitní senzor využívající CNTs

Pojem senzor pochází z latinského výrazu „sensuz“, což se dá přeložit jako prostředek rozšiřující schopnost lidských smyslů získávat informaci o fyzikálních veličinách, jejichž projevy jsou za hranicí lidského vnímání. V zahraniční literatuře se pojem senzor používá k označení prvku pro převod neelektrických veličin na elektrické signály.

Většina senzorů tlaku převádí tlak díky změnám jednoho nebo více deformačních členů. Tento člen pod působícím tlakem změní svůj tvar, který následně vyvolá změnu měřitelného elektrického parametru a ten se převede na elektrický signál.

Realizovaný senzor využívá jako deformačního členu pružnou membránu, která při působení tlaku mění svůj profil. Tím se mění vzdálenost elektrod deskového kondenzátoru.

Senzorů tlaku je celá řada a rozdělují se do mnoha kategorií, ale z hlediska vlastního principu převodu působícího tlaku na elektrický signál, se rozdělují do těchto základních kategorií:

- piezorezistivní tlakové senzory
- piezoelektrické tlakové senzory
- induktivní tlakové senzory
- kapacitní tlakové senzory
- optické tlakové senzory

- teplotní tlakové senzory
- akustické tlakové senzory
- emisní tlakové senzory
- rezonanční senzory [21].

6.1 Definice tlaku

Tlak patří mezi odvozené veličiny, a k jeho měření je možné použít dvou definic:

- První definuje tlak p jako sílu F , jež působí kolmo na plochu S .

$$p = \frac{F}{S} \quad (6)$$

- Další možností jak definovat tlak je využít výšky hydrostatického sloupce h o hustotě kapaliny ρ a gravitačního zrychlení g .

$$p = h\rho g \quad (7)$$

Jednotkou tlaku je „*pascal*“ (Pa), jež je i hlavní jednou v soustavě jednotek SI. V praxi je jednotka pascal velmi malá, a proto se používají násobky hPa, kPa a MPa. Déle se pak můžeme setkat i s jinými jednotkami tlaku: „*bar*“ (bar) (1 bar = 100 kPa), „*atmosféra*“ (atm) (1 atm = 101325 Pa), „*torr*“ (Torr) 760 Torr = 1 atm).

Jednotka 1 Pa je definována jako tlak, který vyvine síla o hodnotě jednoho „*newtonu*“ (N) rovnoměrně působící na plochu o ploše 1 m², jež je kolmá ke směru této síly. Italský fyzik a matematik Evangelista Torricelli (odtud se získala jednotka Torr) provedl pokus s trubicí o délce 1 „*metr*“ (m). Kterou nejdříve zcela naplnil rtutí, a pak ji obrátil a ponořil do nádoby se rtutí. Hladina rtuti se ustálila ve výšce 75 cm [22].

6.2 Definice kapacity

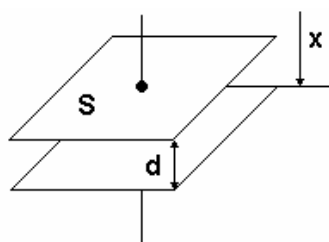
Kapacita deskového kondenzátoru je obecně dána empirickým vztahem

$$C = \frac{\varepsilon S}{d}, \quad (8)$$

kde ε je absolutní permitivita a je rovna

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \cdot \varepsilon_r \quad (9)$$

kde ε_0 je konstantní hodnota permitivity vakua $\varepsilon_0 = 8,854187 \cdot 10^{-12} \text{ F.m}^{-1}$. ε_r je relativní permitivita daná daným prostředím či materiálem mezi elektrodami a vyjadřuje, kolikrát se elektrická síla zmenší v případě, že tělesa s elektrickým nábojem jsou místo ve vakuu umístěna v látkovém prostředí (v našem případě vzduchu $\varepsilon_r = 1,00054$). Proměnná S je plocha elektrod a d vzdálenost elektrod.



Obr. 6-1: Schéma deskového kapacitního senzoru s proměnnou mezerou.

Pro výpočet kapacity při změně vzdálenosti d se využije následující matematický výpočet. Vycházíme z obecného vztahu (1). Pro změnu kapacity ΔC v závislosti na změně d přepíšeme na vztah do tvaru

$$\Delta C = \varepsilon S \left(\frac{1}{d + \Delta d} - \frac{1}{d} \right). \quad (10)$$

6.2.1 Vliv CNTs na výslednou kapacitu

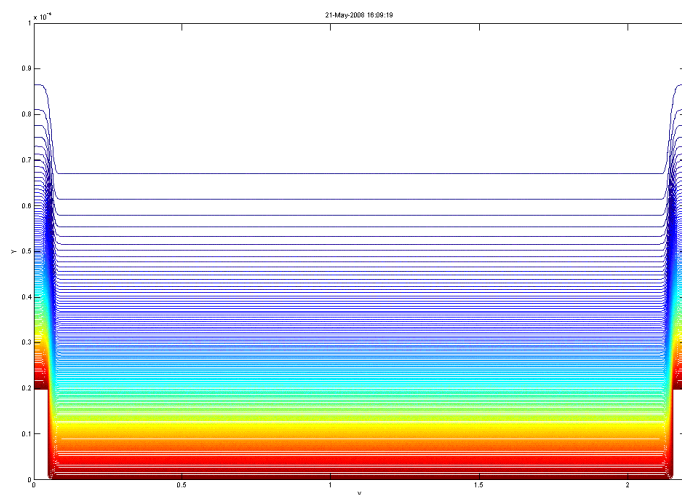
Rovnice 8 platí pro deskový kondenzátor a předpokládá, že povrch obou elektrod je rovný a vytváří homogenní pole. V tomto případě nelze ovlivňovat množství nahromaděných nábojů a zvýšit tak kapacitu. Protože elektrody jsou vodivé, jsou tudíž i ekvipotenciálními plochami. Všechny body na téže elektrodě mají tedy stejnou hodnotu elektrického potenciálu. Mezi oběma elektrodami nabitého kondenzátoru existuje potenciálový rozdíl. Neznáme-li pořadí elektrod, je přirozené brát tento rozdíl kladný. Náboj Q a napětí U libovolného kondenzátoru jsou navzájem přímo úměrné a platí:

$$C = \frac{Q}{U}. \quad (11)$$

Z rovnice vyplývá, že jednotkou kapacity v mezinárodní soustavě (SI) je $C \cdot V^{-1}$, která dostala vlastní pojmenování farad $[F]$, přičemž $1F = 1C \cdot V^{-1}$

Jiná situace by měla nastat v případě, když povrch elektrod není rovný a z povrchu vystupují nanotrubic. Nanotrubic a povrch substrátu mají stejný potenciál ovšem v jiné výšce. Nyní by se měl náboj rozložit podle tvaru plochy, což bude mít za následek zakřivení ekvipotenciálních ploch, které budou kopírovat pole vytvořené pomocí CNTs.

Byly provedeny předběžné simulace, jakým způsobem bude pole zakřiveno. Na obr. 6-2 je znázorněna situace, kdy dochází k zakřivení elektrického pole mezi dvěma nanotubicemi. Bílá místa na okrajích znázorňují dvě uhlíkové nanotrubic. Osa x znázorňuje vzdálenost uhlíkových nanotubic a osa y znázorňuje výšku uhlíkových nanotubic. Barevné křivky znázorňují jednotlivé ekvipotencionální plochy. Přesnější odhady zatím nejsou dosud známy a jsou předmětem dalšího zkoumání.



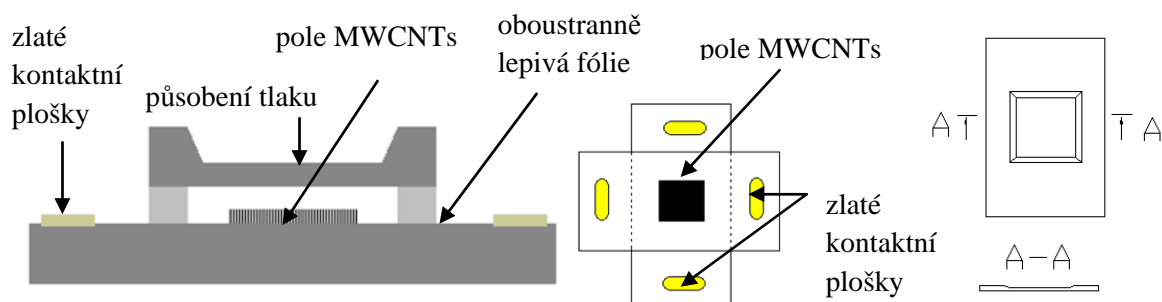
Obr. 6-2: Vliv změny elektrického pole mezi dvěma uhlíkovými nanotrubicemi a zakřivení ekvipotenciálních ploch

Jednou z cest jak toho dosáhnout je vytvoření speciální katalycké vrstvy Fe. Na povrch Si s již vytvořenou vrstvou Fe se aplikuje negativní (podle potřeby) elektronový rezist. Ten se v litografu nechá exponovat a pak vyvolat. Následně se provede plasmatické dovyvolání (odstranění zbytků rezistu) ve vf. plasmatu v kyslíku. Poté se provede odprašení přebytečné vrstvy Fe, čímž vytvoříme ostrůvky katalycké vrstvy na které necháme nadeponovat CNTs. Výsledek snažení je zobrazen na obr. 5-4. Rozměr bodů je $1 \times 1 \mu\text{m}$ s roztečí $3 \mu\text{m}$. Bohužel se při odprašování nepovedlo odstranit všechnu přebytečnou vrstvu železa, neboť se fotorezist odstranil dříve než samotná vrstva železa. Další postupy jsou předmětem zkoumání.

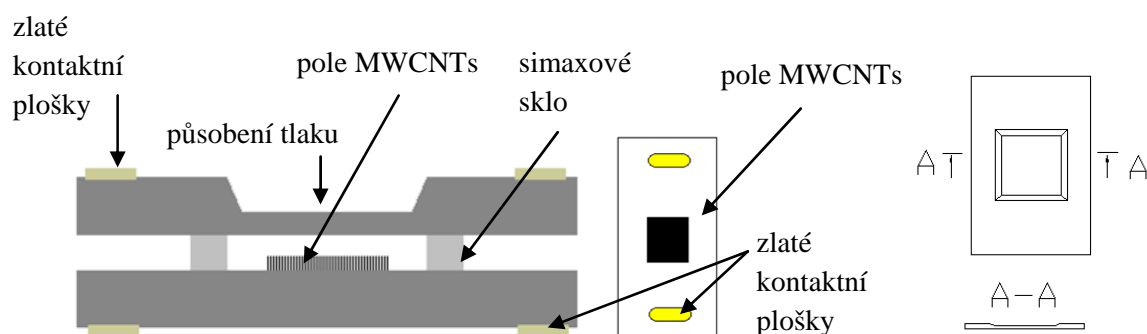
6.3 Konstrukce senzoru

Při pohledu na vzorec (8) se nabízí možnost ovlivňovat citlivost kapacity pomocí tří parametrů a to ϵ_r , d a S . V našem případě d se mění působením tlaku. Průhybem membrány se mění d a tím se mění i kapacita C . Konstanta $\epsilon_r = 1,00054$, jelikož prostor mezi elektrodami je vyplněn vzduchem. Senzor je tak konstrukčně jednodušší. Poslední veličinou, kterou můžeme technologicky měnit, je plocha elektrod S . Při výrobě malého senzoru s co největší plochu, narážíme na technologický problém. Abychom dosáhli měřitelných kapacit s dostatečnou citlivostí (alespoň jednotky až desítky pF), je nutné, aby podíl S/d byl co největší. A právě v tomto okamžiku se nabízí právě možnost využití CNTs, které uměle zvětší plochu elektrod při zachování malých rozměrů senzoru.

Senzorický čip se skládá ze dvou elektrod s deponovanými CNTs poli tvořící deskový kondenzátor. Prostor mezi elektrodami je vyplněn vzduchem a elektrody jsou od sebe izolovány a spojeny pomocí oboustranně lepidivé fólie viz. obr. 6-3, nebo jsou elektrody anodicky spájené a mezeru tvoří simaxové sklo viz. obr. 6-4.



Obr. 6-3: Profil senzorkého čipu, horní pohled na čip, řez elektrodou s vyleptanou membránkou



Obr. 6-4: Profil senzorkého čipu, horní pohled na čip, řez elektrodou s vyleptanou membránkou

6.3.1 Postup výroby elektrod

Jako výchozí substrát pro výrobu elektrod je použit monokrystalický čtyř palcový 525 μm tlustý křemíkový substrát (wafer), vodivosti typu N dotovaný fosforem s atomární orientací $\langle 100 \rangle$ dodaný společností ON Semiconductor. Na povrchu waferu je 2 μm tlustá vrstva termického oxidu SiO_2 . Elektrody o rozměrech 1,5 x 1 mm jsou ze základního substrátu vyleptány anebo nařezány pomocí laseru nebo diamantovým kotoučem. Při leptání se zároveň vytváří membrána, která je základním citlivým elementem při snímání tlaku. Požadovaná tloušťka membrány by měla být 200 μm . Křemík je velmi vhodný pro svoje vlastnosti, jakými jsou pevnost, pružnost a hmotnost.

Jako první proces při výrobě senzoru je litografie. Postup přípravy je následující:

- Očištění waferu acetonem, poté demineralizovanou vodou.
- Hydrofobizace povrchu pomocí HMDS (Hexamethyldisilazanu).

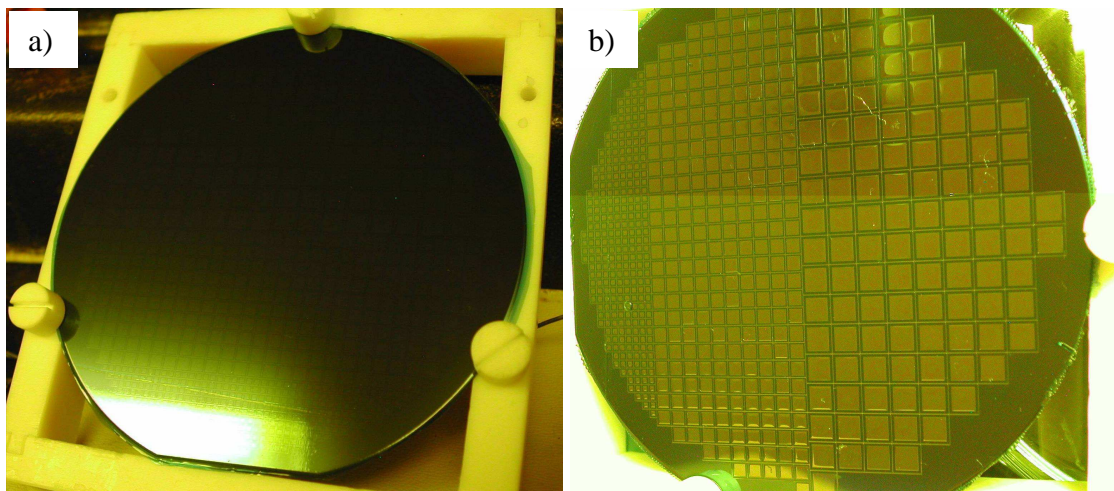
Tento krok se provádí z důvodu zamezení vniknutí vody a vodních par a tím lepší adheze fotorezistu při leptání.

Kroky čištění a nanášení HMDS se provádějí na odstředivce, která umožňuje stejnoměrné nanášení daného roztoku po celém povrchu substrátu.

- Na povrch substrátu se aplikuje fotorezist.

Při prvních pokusech byl k laminování použit negativní fotorezist firmy DuPont iTechnologies typu RISTON ® MM140, který zpočátku vyhovoval naším účelům. Nejdůležitější parametry jsou uvedeny v příloze této práce.

- Následuje expozice přes vytvořenou offsetovou šablonu v expoziční jednotce Circuitape AZ 218 Exposure Unit.
- Vyvolání motivu. Vyvolání se provádí v roztoku uhličitanu sodného Na_2CO_3 v oplachové jednotce. Po mnoha zkušenostech bylo zjištěno, že neoptimálnější počet cyklů jsou dva až tři. Jeden cyklus je přibližně 2:20 min.

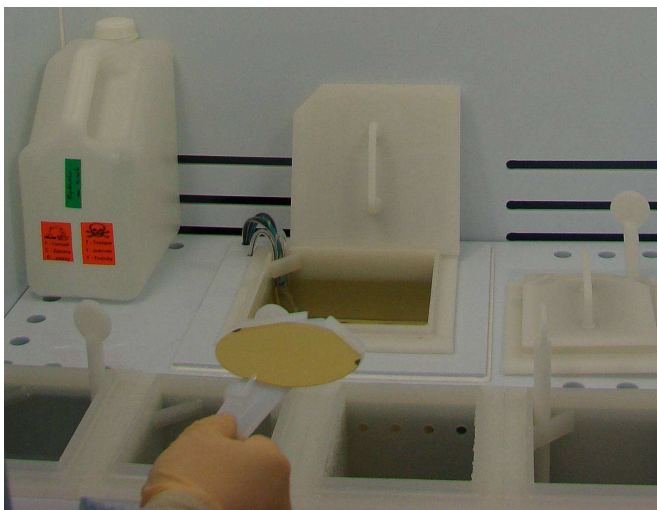


Obr. 6-5: a) nalaminovaný a osvětlený fotorezist na povrchu waferu, b) povrch waferu po oplachu osvětleného fotorezistu v roztoku Na_2CO_3

Při vytváření jemnějších motivů se při použití fotorezistu Riston MM140 začaly objevovat nesnáze typu odlaminování, podleptávání, vnikání nečistot apod. a tento fotorezist začal být nevhodný. Navíc prostory pro výrobu DPS naprosto nevyhovují podmínkám pro procesy související s křemíkovou technologií. Z těchto důvodů byly využity čisté prostory na Masarykově univerzitě Ústavu kondenzovaných látek, která disponuje veškerými potřebnými zařízeními. Pracovní postupy jsou následující:

- Wafer se opláchne demineralizovanou vodou a pak usuší.
- Poté se vloží do výparníku s HMDS na dobu přibližně 5 min.
- Na spin coateru viz. obr. 2-9 se substrát vycentruje a otestuje při 50 rpm.
- Pomocí vakuové pipety se na povrch aplikuje fotolak o objemu cca 1,5 ml. Fotolak je to polymerní látka rozpustná v rozpouštědle a je tedy v tekutém stavu
- Odstředíme při 5000 rpm po dobu 15s.
- Usušíme „soft bake“ po dobu 2 – 3 min. při teplotě 90°C.
- Chlazení 5 – 10 min.
- Expozice rtuťovou výbojkou v litografu Elmer obr. 2-13

- Vyvolání ve vývojce MS322, první nádoba 100% roztok, doba vyvolání 1 min., druhá nádoba 50% roztok ředěný vodou, doba vyvolání 20s.



Obr. 6-6: Chemický box na Masarykově univerzitě v „clean room“

Po vytvoření masky z rezistu se provede odleptání oxidové vrstvy SiO_2 a tím dojde k vytvoření skutečné leptuodolné masky pro leptání křemíku. Leptání oxidu SiO_2 se provádí v roztoku POL (Fluorid Amonný a Fluorid amonný kyselý) rychlostí $0,1 \mu\text{m}/\text{min}$. Při tloušťce vrstvy SiO_2 $2 \mu\text{m}$ odpovídá čas leptání době 20 min. Před samotným leptáním křemíku je nutné odstranit zbylý fotorezist v rozpouštědle „striper“. Pro fotorezist Riston se používá roztok hydroxidu sodného NaOH, pro fotolak aceton. V čistých prostorech „clean room“ se leptání oxidu provádí pomocí POL Bet lodyne 7:1 (pomalé oxidační leptadlo 2% roztok HF a voda) po dobu přibližně 20 min. s rychlostí leptání $80 - 90 \text{ nm}/\text{min}$. Provádí se statické leptání (mírný pohyb v lázni). Poté se provedou oplachy, statický v demineralizované vodě a pak dynamický proudem demineralizované vody. Konečnou fází je sušení na odstředivce.

Samotné leptání křemíku se provádí v nádobě s vyhřátým roztokem hydroxidu draselného KOH (hmotnostně 30%) na teplotu 80°C . Vyhřívání se realizuje cirkulací vody v průtokovém termostatu. Wafer se upevní do speciálně vytvořeného teflonového rámu připojeného k ose elektromotoru, který s waferem v průběhu leptání otáčí. Nádoba na leptání křemíku s průtokovým termostatem je zobrazena na obr. 6-7.



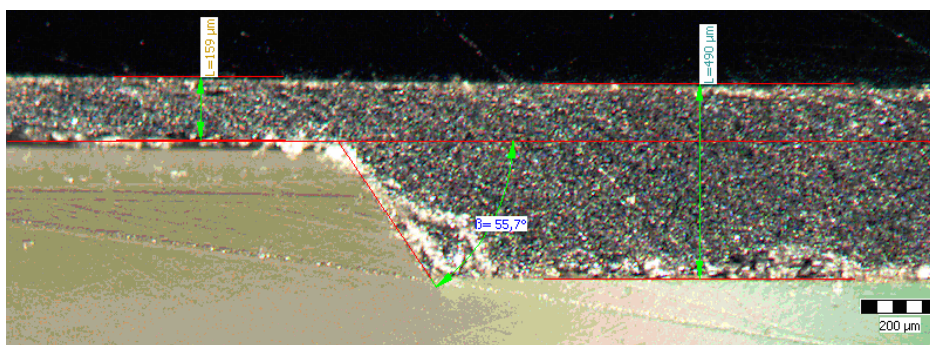
Obr. 6-7: Leptací aparatura, vlevo nádoba na KOH, vpravo průtokový termostat

Rychlost leptání Si je $1\text{ }\mu\text{m/min}$. Čas odpovídající pro vyleptání membrány o tloušťce $200\text{ }\mu\text{m}$ je 325 min ($525\text{ }\mu\text{m} - 200\text{ }\mu\text{m}$). Po odleptání membrán a okrajů elektrod se jednotlivé čipy vzájemně oddělí.

Nádoba na leptání křemíku v 30% roztoku KOH (hmotnostně) byla navržena tak, aby byla odolnější vůči chemikáliím a měla lepší izolační vlastnosti. Proto byla vysoustružena z teflonového válce, který splňuje požadované vlastnosti.

6.3.2 Analýza rychlosti leptání

Byly provedeny dva typy analýz rychlosti leptání. Jako první byla provedena nejjednodušší analýza a to mikrovýbrus, který byl zkoumán optickým mikroskopem a kamerou na UMEL v budově U11.



Obr. 6-8: Mikro-výbrus vyleptané membrány

Naměřená tloušťka membrány na obr. 6-8 je $159\text{ }\mu\text{m}$. Chyba vznikla tím, že se počítalo s tloušťkou waferu o velikosti $525\text{ }\mu\text{m}$, což je tloušťka definovaná výrobcem. Při analýze však bylo zjištěno, že tloušťka waferu je pouze $490\text{ }\mu\text{m}$. Druhou chybou bylo, že v době leptání se počítalo s rychlostí leptání $1\text{ }\mu\text{m/min}$, která nebyla ověřena. Z obrázku je také patrný úhel leptání, který v tomto případě činí $55,7^\circ$.

Pro přesnější ověření, že leptací rychlost je rovna $1\text{ }\mu\text{m/min}$, bylo provedeno testovací leptání na speciálních vzorcích obr. 6-13 c). Vzorky jsou čtvercového tvaru o rozměru 2×2

mm a s kruhovou membránou uvnitř v průměru 0,8 mm a hloubkou 20 μm . Tloušťka čar mezi senzory je 50 μm . Rozměry senzoru byly tak malé, že veškeré operace typu čištění, nanášení fotorezistu, litografie a leptání oxidu SiO_2 se provádělo na Masarykově univerzitě Ústavu kondenzovaných látek „clean room“. Analýzy leptání se prováděla na ÚPT AV ČR na konfokálním laserovém mikroskopu Olympus LEXT OLS3100.

Před vyleptáním celé membrány do hloubky 20 μm se nejdříve provedlo předběžné měření leptací rychlosti do hloubky 10 μm . U vzorků byly poté změřeny hloubky vyleptaných membrán, na jejichž základě byla přesně spočtena leptací rychlost. Leptací čas byl poté přepočítán a vzorky byly doleptány na požadovaných 20 μm . Nakonec se vzorky opět zanalyzovaly. Jednotlivé postupy, výpočty a výsledky měření jsou uvedeny níže.

1. Vzorky *Si* membrán byly anizotropně leptané

- $t_{\text{lep}} = 10 \text{ min.}$
- Roztok KOH (30% hmotnostně)
- $T_{\text{lep}} = 78^\circ\text{C}$

2. Nejprve byla vypočtena průměrná leptací rychlost viz. obr. 6-9

$$v_{\text{lep}} = \frac{(7,625 + 7,865 + 7,790)}{3 \cdot 10} = 0,776 \mu\text{m} / \text{min}.$$

3. Následně byla vypočtena doba leptání pro požadovanou hloubku 20 μm .

$$t_{\text{lep}} = \frac{20 \mu\text{m}}{0,776 \mu\text{m} / \text{min}} = 25,77 \text{ min.}$$

4. Poté potřebný zbývající čas pro doleptání

$$t_{\text{zbývající}} = t_{\text{lep}} - 10 \text{ min.} = 25,77 - 10 = 15,77 = 15 \text{ min } 46\text{s}$$

5. Nakonec se provedla analýza výsledného leptání

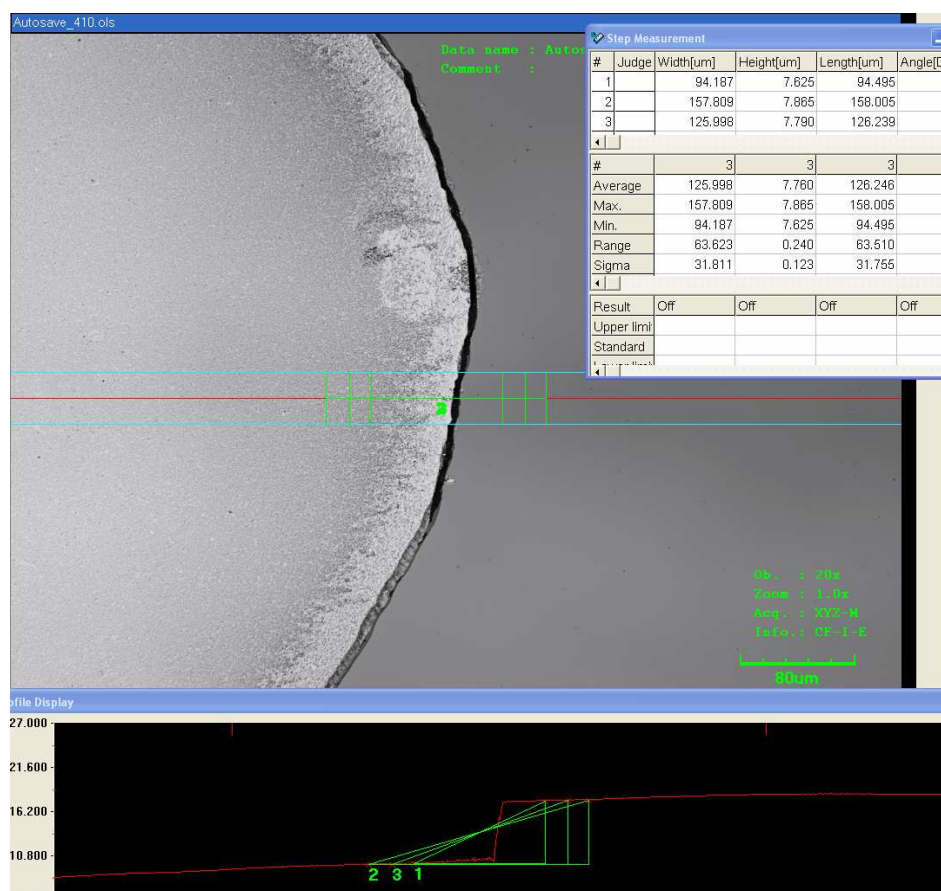
- analýza třech vzorků (membrána 1, 2 a 3)
- zobrazení na obr. 6-10 (pouze jedna membrána)
- hloubky vyleptání:

$$\text{membrána 1, } d_{\text{avg}} = 17,831 \mu\text{m}$$

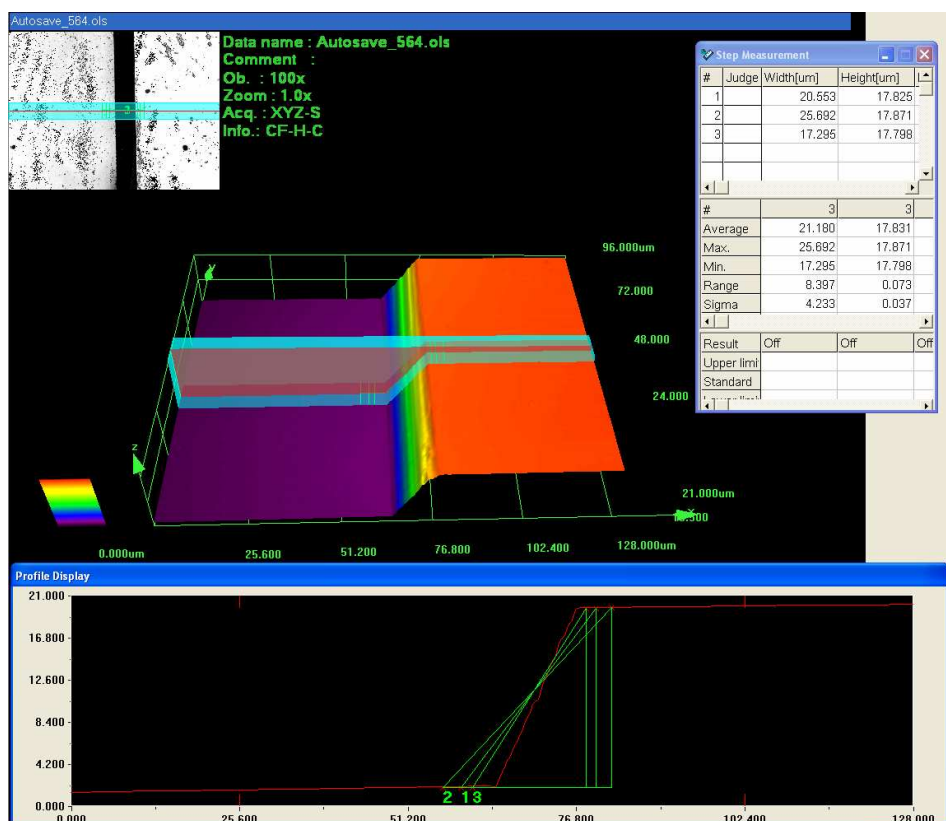
$$\text{membrána 2, } d_{\text{avg}} = 17,460 \mu\text{m}$$

$$\text{membrána 3, } d_{\text{avg}} = 17,599 \mu\text{m}$$

Z uvedených měření vyplývá, že leptací rychlost není přesně 1 $\mu\text{m}/\text{min}$, ale přibližně 0,776 $\mu\text{m}/\text{min}$. Nicméně ani po korekci leptacího času se nepovedlo přesně vyleptat membránu o hloubce 20 μm , ale pouze 18 μm . Tento fakt je ovlivněn jednak koncentrací roztoku KOH, jehož kvalita se postupem času snižuje a jednak také teplotou. Proto není možno vždy vytvořit stejné leptací podmínky.



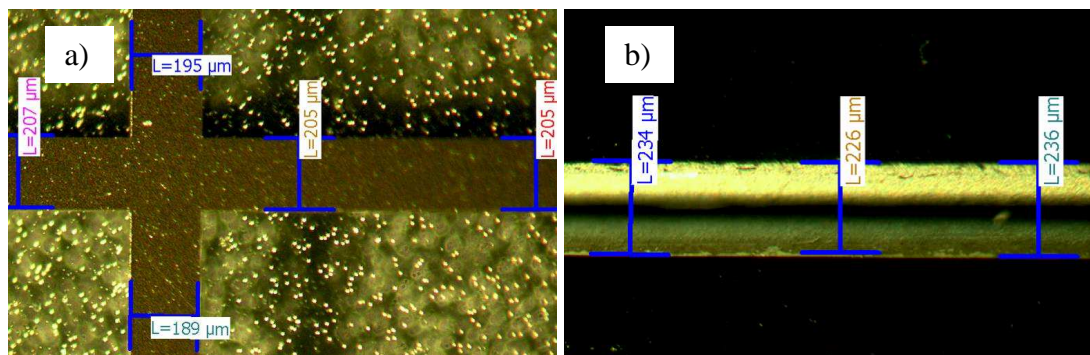
Obr. 6-9: Analýza hloubky prvního leptání (10 μm), změřeny tři hodnoty z nichž se provedl aritmetický průměr



Obr. 6-10: Profil jedné membrány výsledného leptání

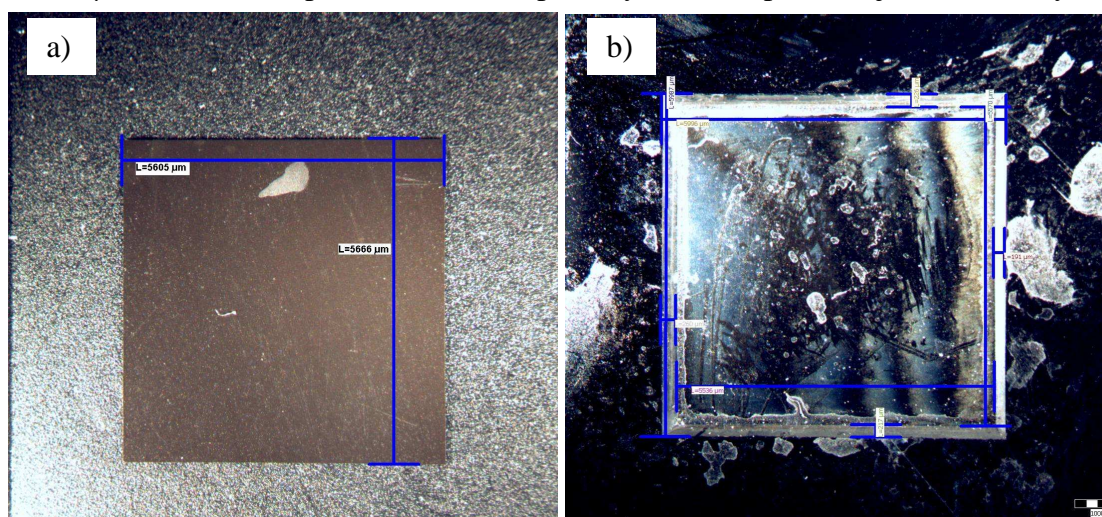
6.3.3 Analýza rozměrů po leptání

Následovala analýza rozměrů šablon a analýza rozměrů vyleptaných motivů. Stejně tak jako u první analýzy rychlosti leptání byl použit optický mikroskop na UMEL v budově U11. První výsledky byly velmi překvapující.



Obr. 6-11: a) Analýza šířky čar na šabloně, b) analýza šířky vyleptané čáry

Tloušťka čar šablony má normovaný rozměr 200 μm viz. obr. 6-11. Tloušťka vyleptané čáry je cca 234 μm . Měření na optickém mikroskopu nebylo ovšem přesné a je zatíženo chybou.



Obr. 6-12: Optická analýza rozměrů membrány na šabloně, b) analýza rozměrů vyleptané membrány

Rozměr membrány o velikosti 5 x 5 mm a tloušťce 200 μm musel být přepočítán s ohledem na anizotropní leptání tj. 5 x 5 mm má být dolní rozměr vyleptané membrány. Při zohlednění hloubky leptání 325 μm (525 μm – 200 μm , 525 μm tloušťka waferu) a leptacího úhlu 54,7°, musel být rozměr šablony přepočítán podle vzorce (11).

$$\operatorname{tg} \alpha = \frac{2h}{a - a_0}, \alpha = 54,7^\circ, \operatorname{tg} \alpha \approx \frac{2}{\sqrt{2}} \rightarrow \frac{2}{\sqrt{2}} = \frac{2h}{a - a_0} \quad (11)$$

kde a je horní šířka vyleptaného rozměru, a_0 je dolní šířka vyleptaného rozměru a h je hloubka vyleptání. Zde vyšel leptací úhel pouze 51.28°.

$$a = a_0 + \sqrt{2} \cdot h, a = 5 \cdot 10^{-3} + \sqrt{2} \cdot 325 \cdot 10^{-6} = 5,45[\text{mm}]$$

Z obr. 6-12 je patrné, že přenos vzoru je docela kvalitní. Horní rozměr vyleptané membrány je 5,588 mm a spodní rozměr 5,163 mm. I zde je měření hodně zatíženo chybou.

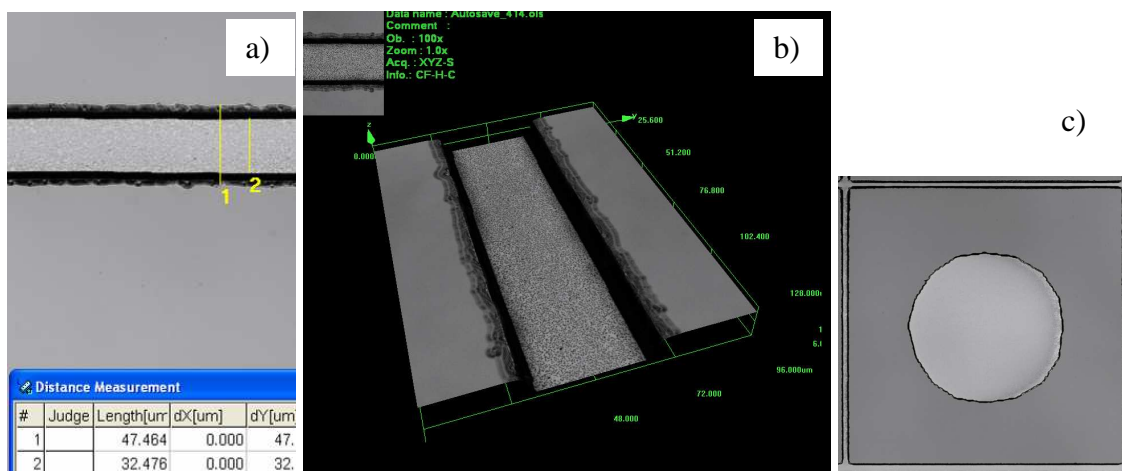
Z naměřených dat si můžeme ověřit i leptací úhel. Data byla získána z leptání vzorků 1,5 x 1 cm a velikosti membrány o rozměrech 2 x 2 mm viz. tabulka 1. Leptací úhel je možno vypočítat ze získaných rozměrů viz rovnice 11.

$$\operatorname{tg} \alpha = \frac{2h}{a - a_0}, \operatorname{tg} \alpha = \frac{2 \cdot 325}{2655 - 2134}, \alpha = 51,28^\circ$$

Tabulka 1: Různé naměřené délky vyleptané membrány

Délka							
Typ objektu	Druh měření	Číslo měření	Hodnota	Jednotky	Statistiky		
Úsečka	Délka	1	2655	μm	Veličina	Délka	
Úsečka	Délka	3	2134	μm	Počet měření	6	
Úsečka	Délka	4	286	μm	Střední hodnota	952,8	μm
Úsečka	Délka	5	182	μm	Sm. odchylka	1030,9	μm
Úsečka	Délka	6	243	μm			
Úsečka	Délka	7	217	μm			

Další analýzy byly už prováděny na ÚPT AV ČR a analyzovaly se testovací vzorky (2 x 2 mm) kreslené v programu AutoCad. Tloušťka čar byla v tomto případě pouze 50 μm. Zde již nebyl zohledněn leptací úhel a rozměr čáry skutečně odpovídá hornímu rozměru tedy 47.464 μm.



Obr. 6-13: a) Laserová analýza šířky vyleptané čáry b) 3D zobrazení vyleptané čáry c) kruhová membrána vzorku

Z výše popsaných výsledků vyplývá, že pokud je potřeba leptat jemnější vzory (řádově 100 μm) nebo vzory s velkou přesností (chyba jednotky μm), je nutné změnit veškeré přípravné procesy pro leptání (osvit, litografie, typ fotorezistu, čistota prostředí).

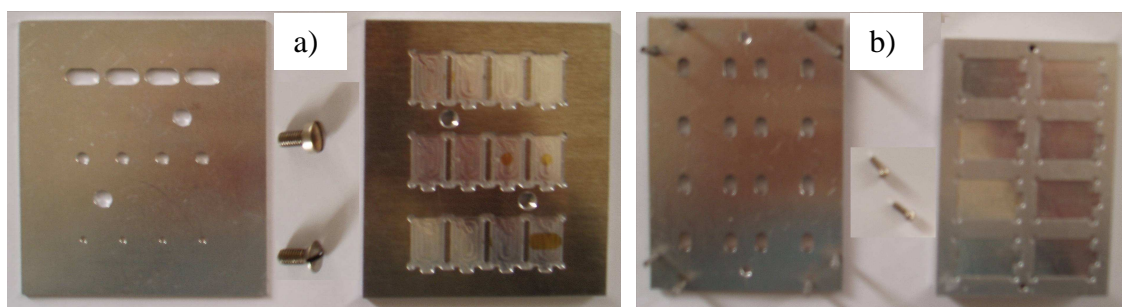
6.3.4 Depozice tenkých vrstev Au, Fe

Na křemíkové elektrody bylo nutné vytvořit zlaté kontakty. Navíc, jak bylo zmíněno, senzor pro zvýšení kapacity používá pole (film) CNTs, které pro svůj růst vyžadují katalyckou vrstvu kovu (v tomto případě železo). Pro nanesení těchto vrstev se využilo

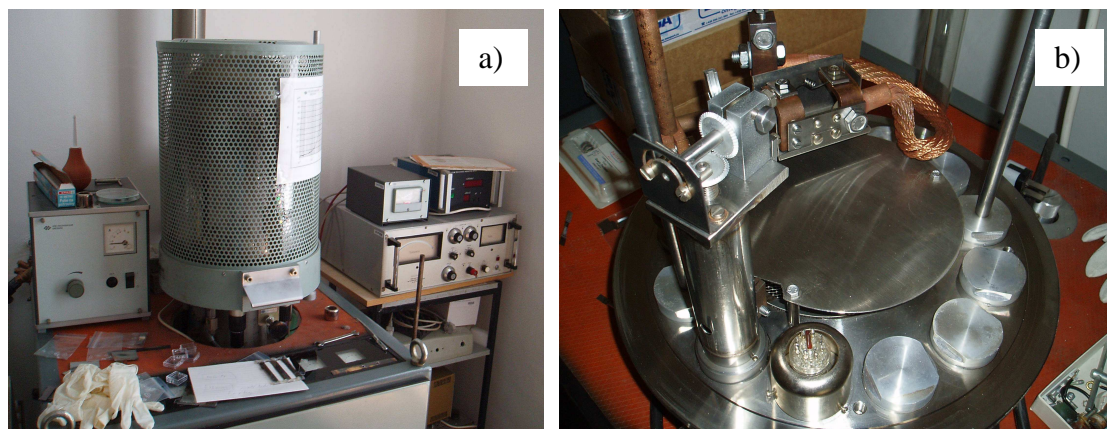
zařízení pro odporové napařování sestavené na Ústavu fyzikální elektroniky Přírodovědecké fakulty Masarykovy univerzity v Brně.

Vanička s daným materiálem je připojena mezi svorky, jimiž prochází vysoký proud (řádově 100 A) viz obr. 6-15. Tím se materiál zahřívá až na teplotu vypařování. Vrstva pro napaření železného katalyzátoru je vysoká 10 nm a vrstva pro zlaté kontakty 600 nm. Tloušťka vrstvy se měří pomocí přítomného rezonátoru, který s přibývajícím vrstvou mění svůj rezonanční kmitočet. Tím je možno řídit požadovanou výšku vrstvy.

Substrát, na jehož povrch se má napařit vrstva, se vyčistí 4 - 5 % roztokem kyseliny fluorovodíkové HF a poté opláchne v demineralizované vodě. Vzorky se umístí do speciálně vyrobených šablon a umístí do reaktoru. V něm se vytvoří vakuum pomocí difúzní vývěvy (čerpání cca 20 min) a poté se provede napařování, které trvá několik vteřin.



Obr. 6-14: a) Šablona pro napaření železa, b) šablona pro napaření zlata



Obr. 6-15: a) Aparatura pro vakuové napařování, b) elektrody s vaničkou napařovaného materiálu

6.3.5 Spojování elektrod

Spojování elektrod se provádělo pomocí dvou způsobů. Prvním z nich je anodické pájení a druhým je spojování pomocí oboustranně lepidivé fólie.

Anodické pájení

Anodické pájení je metoda neprodyšného a trvalého spojení speciálního druhu skla do křemíku bez použití lepidla. Sklo a křemík jsou vyhřáté na teplotu (typicky v rozsahu 300 – 550°C v závislosti na použitém skle), při které se ionty skla stávají pohyblivými. Obě části jsou přivedeny na grafitové elektrody, na které je přivedeno vysoké napětí cca 0,6 – 1,2 kV. To způsobí, že kationty se začnou přemisťovat směrem od styčné plochy (přechodu), což

vytvoří ochuzenou oblast s velkou intenzitou elektrického pole. Tato výsledná elektrostatická přitažlivost uvede křemík a sklo do těsného kontaktu. Další tekoucí proud kyslíkových aniontů ze skla do křemíku vyústí v anodickou reakci, která má za následek vytvoření elektrochemické vazby na rozhraní sklo – křemík.

Pro vytvoření vazeb jsou použity prstence z např. borsilikátového skla, pyrexu, simaxového skla atd., nařezány a zbroušeny na tloušťku 300 μm . Tyto materiály jsou polarizovatelné látky, které působením tepla změní své vlastnosti tak, že se stanou vodivými. Vznikne tak přechod, kterým může protékat proud. Po vychladnutí se opět stávají dielektrikem a elektrody jsou již od sebe nadále izolovány.

Omezujícím faktorem při použití simaxových skel je jejich hladkost a tloušťka. Simaxová skla se totiž dodávají v různých tvarech a délkách a musí se proto nařezat a vyleštit na požadovanou tloušťku.

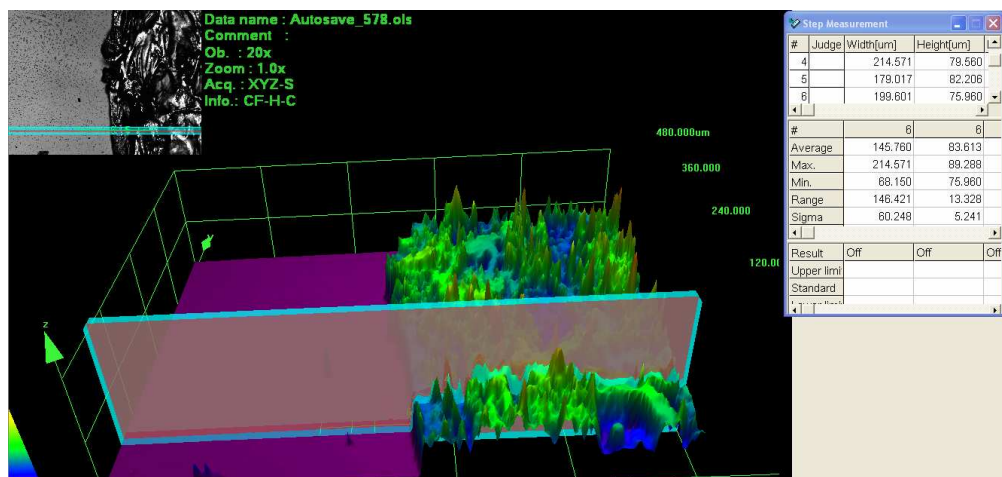
Další možností je využití práškové hmoty těchto skel, které je možno připravit jako pastu a nanést pomocí tlustovrstvé technologie.



Obr. 6-16: Zakoupená a zprovozněná aparatura pro anodické pájení

Pomocí oboustranně lepidivé fólie

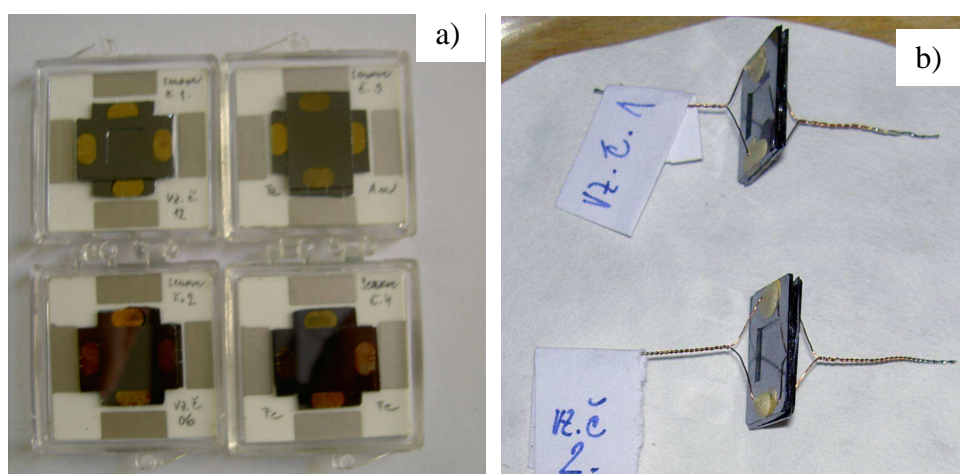
Před samotným spojením obou elektrod bylo nutno ověřit tloušťku lepidivé fólie. Měření bylo velmi problematické kvůli lepidivému povrchu. Nicméně minimální naměřená hodnota byla 68,15 μm . Pole uhlíkových nanotrubic má výšku 15 - 25 μm . To znamená, že mezera mezi horní částí CNTs a elektrodou se pohybuje v rozmezí 43,15 - 53,15 μm , což je přibližně 6 \times méně než u anodicky spájených senzorů.



Obr. 6-17: Měření tloušťky oboustranně lepidivé fólie na mikroskopu Olympus LEXT OLS3100

6.3.6 Kontaktování senzoru

Pro účely měření bylo nutné ještě vyřešit nakontaktování senzorů z Au kontaktů. To se provedlo pomocí ultrazvukového bondování pomocí Al drátků o průměru 25 μm na vodivý motiv vytvořený tlustovrstvou technologií. Motiv se vytvořil přes síto pomocí vodivé pasty AgPd na korundové keramice (substrát Al_2O_3) o rozměrech 2,5 x 2,5 cm, na které se nachází i samotný senzor. V druhém případě byly k Au ploškám přilepeny Cu drátky pomocí vodivého lepidla.



Obr. 6-18: a) Sensory spojené oboustranně lepidivou fólií a nabudované na korundovou keramiku b) anodicky spájené sensory a kontakty vyvedené pomocí Cu drátků přilepených vodivým lepidlem na plošku Au

7 Měření kapacitních senzorů

Měření kapacit se provádělo na přesném RLC metru Agilent 4284A.

7.1 Měření anodicky spájených senzorů

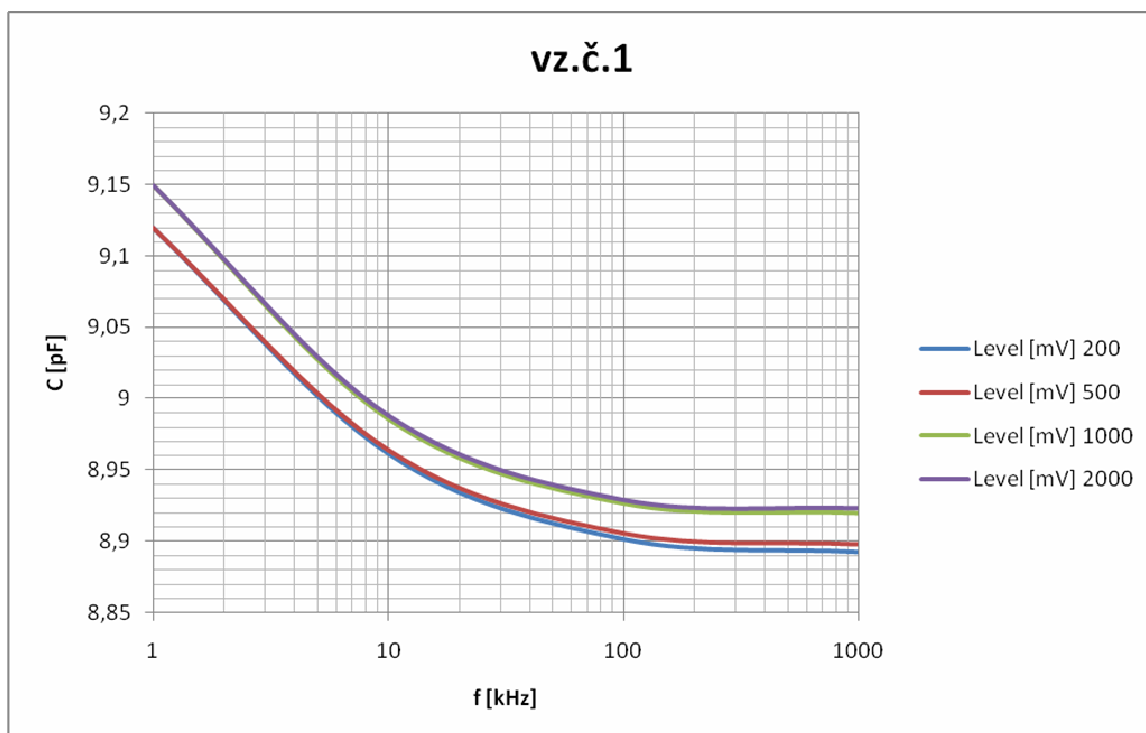
Jako první byly sestaveny dva stejné kapacitní senzory s označením vz.č. 1, vz.č. 2. Jedna z elektrod má uvnitř pole uhlíkových nanotrubic a druhá elektroda má vrstvu zlata. Elektrody

jsou k sobě spojeny pomocí anodického pájení s 300 μm (vzdálenost elektrod) tlustým simaxovým sklem. Všechny senzory mají alespoň jednu elektrodu s vyleptanou membránou o rozměru 5 x 5 mm. Kontaktování je provedeno na napařené zlaté kontakty přilepením Cu drátků vodivým lepidlem.

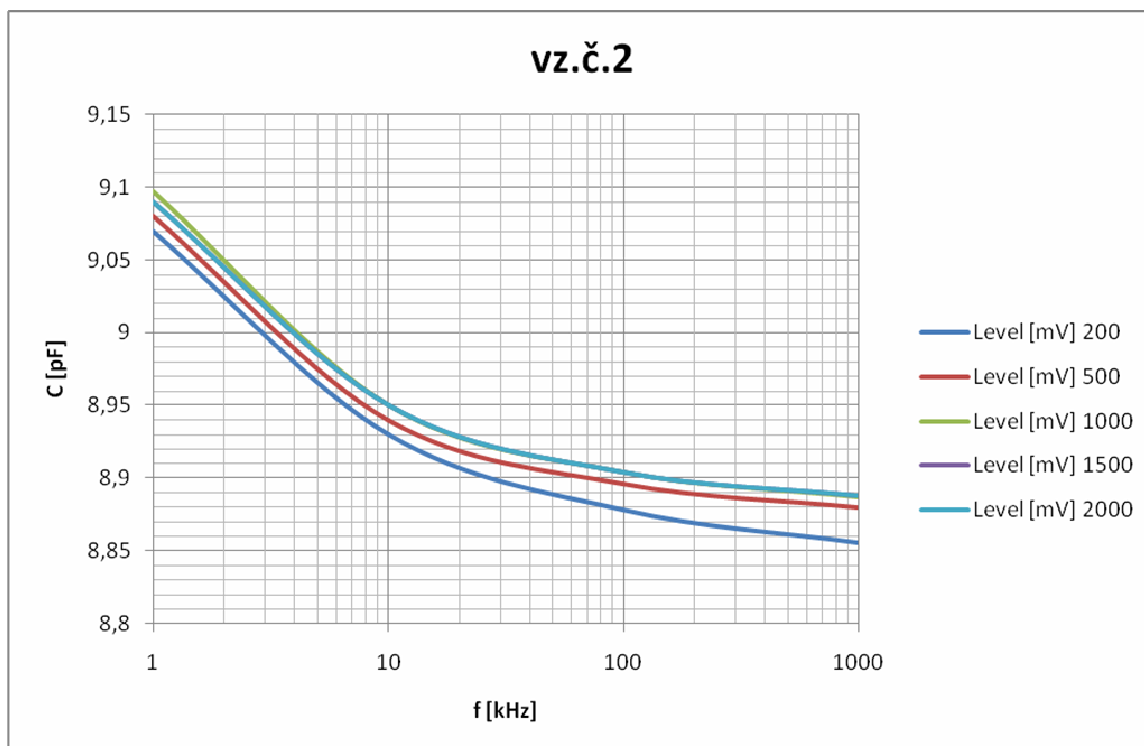
Parametry senzorů sensor (vz.č. 1 - vz.č. 2)

- pole MWCNTs (Multi Walls Carbon Nanotubes) proti Au
- dielektrikum je vzduchová mezera, částečně simaxové sklo
- vzdálenost elektrod 300 μm

Senzory byly podrobeny měření v závislost na velikosti amplitudy signálu a frekvenci.



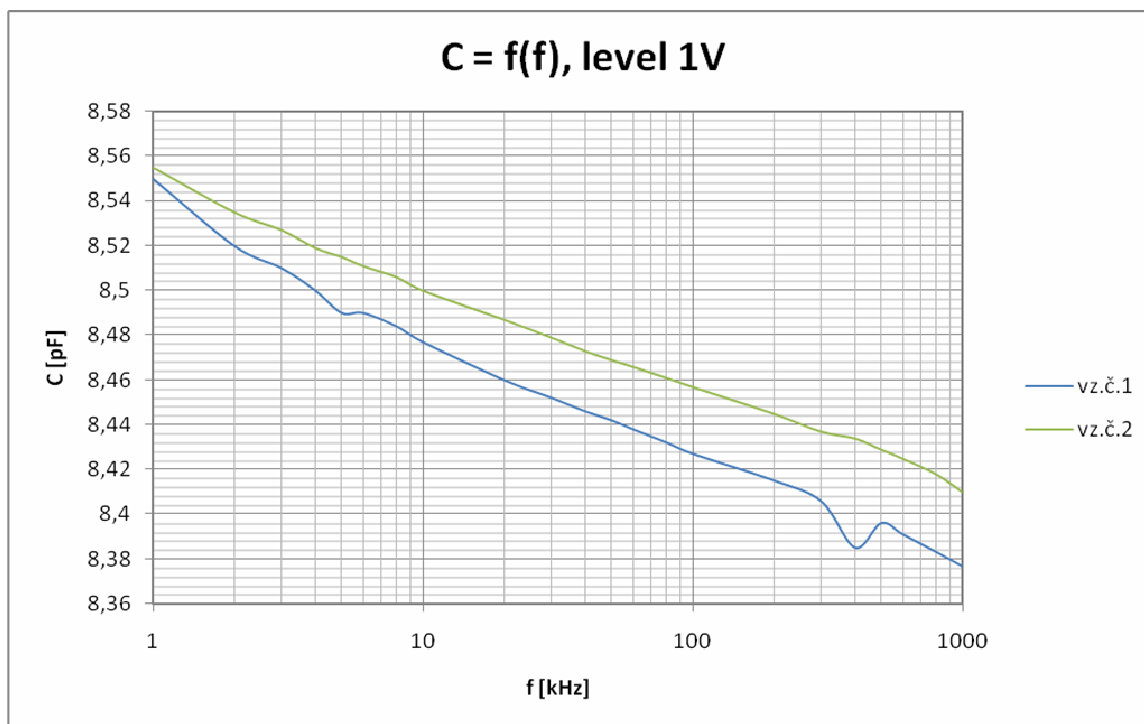
Graf 1: Závislost kapacity na velikosti amplitudy signálu a frekvenci u vz.č. 1



Graf 2: Závislost kapacity na velikosti amplitudy signálu a frekvenci u vz.č. 2

Z těchto měření je patrné, že závislost na velikosti amplitudy je nepatrná. Byla testována i závislost na předpětí (bias), ale i v tomto případě byla změna zanedbatelná. Dále je vidět, že kapacita těchto vzorků je přibližně stejná. Rozdíl v kapacitě je pravděpodobně způsoben tím, že nejsme schopni připravit dva stejné vzorky při stejných depozičních podmínkách. Dále může být rozdíl způsoben nepřesností při anodickém pájení. Dalším limitujícím faktorem je vzdálenost elektrod 300 μm , která se zdá být příliš velká. Simaxové sklo totiž nešlo zbrousit na menší tloušťky.

Dále byly u těchto vzorků změřeny závislosti kapacity na frekvenci při konstantní amplitudě 1V a byly porovnány mezi sebou.



Graf 3: Měření závislosti kapacity na frekvenci

Všechny závislosti těchto senzorů byly měřeny v pásmu (1kHz-1MHz), při nižších kmitočtech byly takřka neměřitelné.

7.2 Měření senzorů spojených lepivou fólií

Jako první byl samostatně sestrojen senzor s označením vz.č. 11. Tento senzor byl v průběhů testů na tlak zničen. Z tohoto důvodu byly sestrojeny další čtyři senzory s označením senzor č.1, senzor č.2, senzor č.3 a senzor č. 4. Parametry všech pěti senzorů jsou uvedeny níže.

Senzor s označením vz. č.11

- Vyleptaná membrána 5 x 5 mm
- pole MWCNTs 5 x 5 mm proti samotnému Si
- Dielektrikum je vzduchová mezera, nativní oxid SiO_2 druhé elektrody a částečně i lepivá fólie
- Elektrody jsou k sobě připevněny pomocí oboustranně lepivé fólie s průměrnou tloušťkou 68,15 μm viz. obr. 6-17. Uvnitř je okénko 5 x 5 mm, v němž se nachází pole MWCNTs. Fólie byla použita pouze jedna.

Senzor s označením č.1

- je konstrukčně naprosto shodný s senzorem s označením vz. č.11

Senzor s označením č.2

- bez membrány

- pole MWCNTs 5 x 5 mm proti tenké vrstvě Au (600 nm)
- Dielektrikum je vzduchová mezera a částečně i lepivá fólie
- Elektrody jsou k sobě připevněny pomocí oboustranně lepivé fólie s průměrnou tloušťkou 68,15 μm viz. obr. 6-17. Uvnitř je okénko 5 x 5 mm, v němž se nachází pole MWCNTs. Fólie byla použita pouze jedna.

Senzor s označením senzor č.3

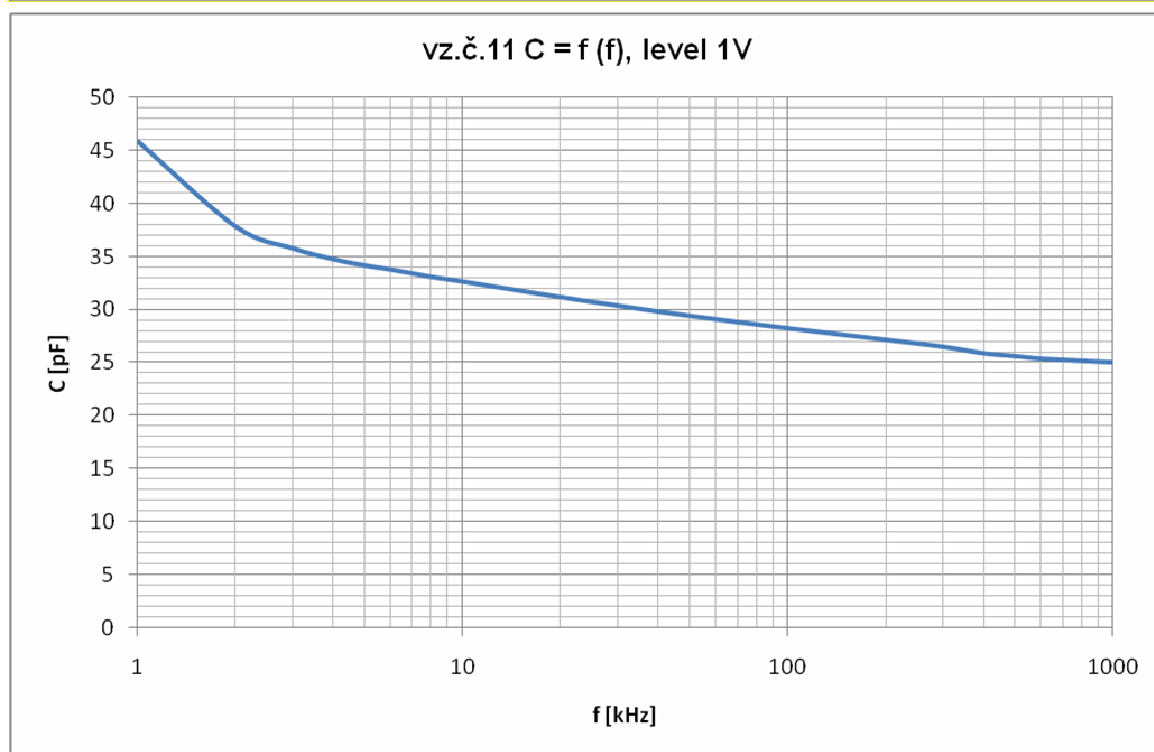
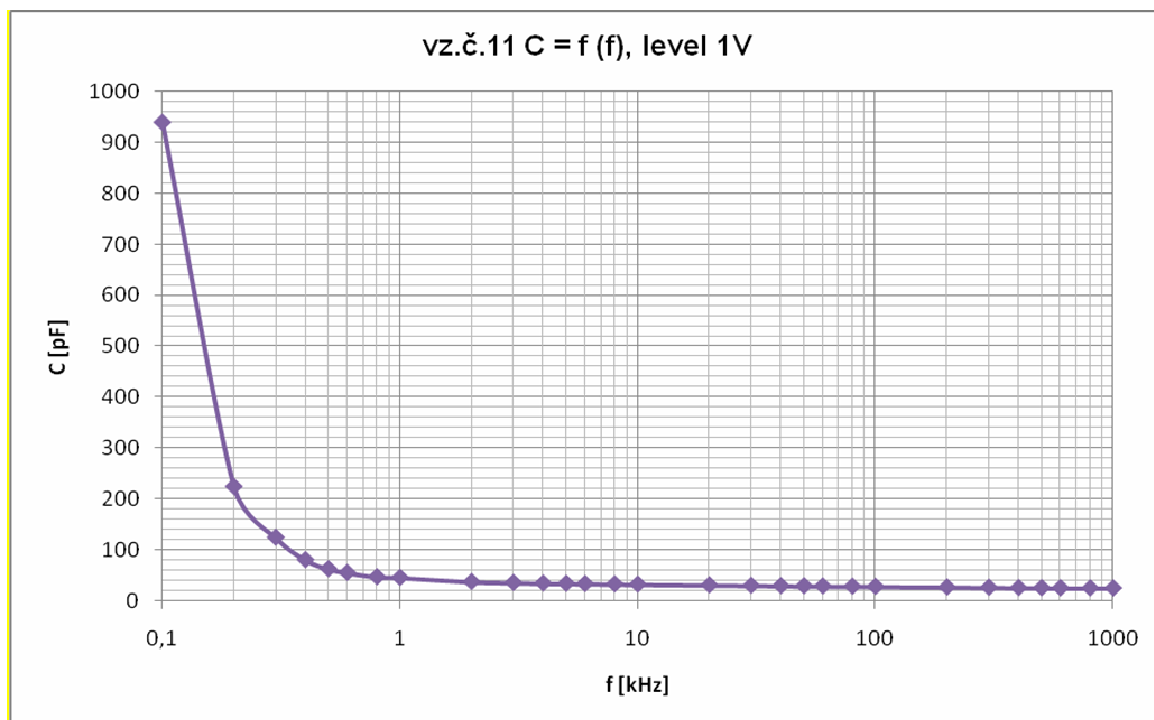
- bez membrány
- tenká vrstva Fe (10 nm) proti tenké vrstvě Au (600 nm)
- Dielektrikum je vzduchová mezera a částečně i lepivá fólie
- Elektrody jsou k sobě připevněny pomocí oboustranně lepivé fólie s průměrnou tloušťkou 68,15 μm viz. obr. 6-17. Uvnitř je okénko 5 x 5 mm.

Senzor s označením senzor č.4

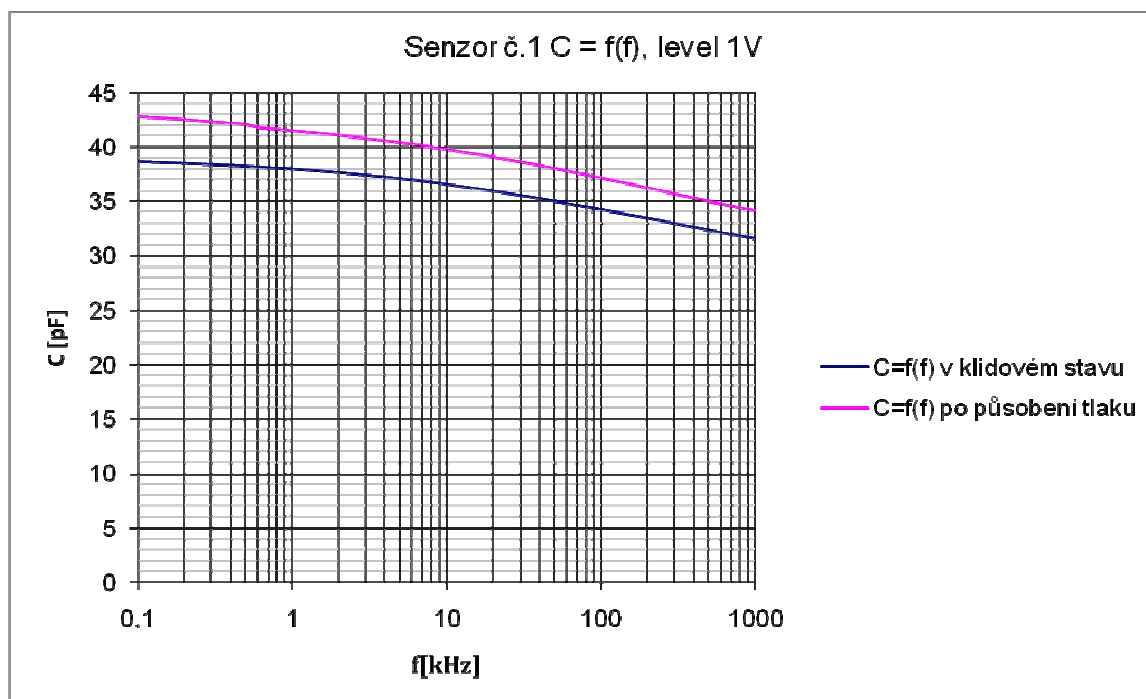
- bez membrány
- tenká vrstva Fe (10 nm) proti té samé vrstvě
- Dielektrikum je vzduchová mezera a částečně i lepivá fólie.
- Elektrody jsou k sobě připevněny pomocí oboustranně lepivé fólie s průměrnou tloušťkou 68,15 μm viz. obr. 6-17. Uvnitř je okénko 5 x 5 mm.

Aby se při měření daly vyloučit parazitní jevy, jsou všechny tyto senzory bondovány viz. kontaktování senzorů.

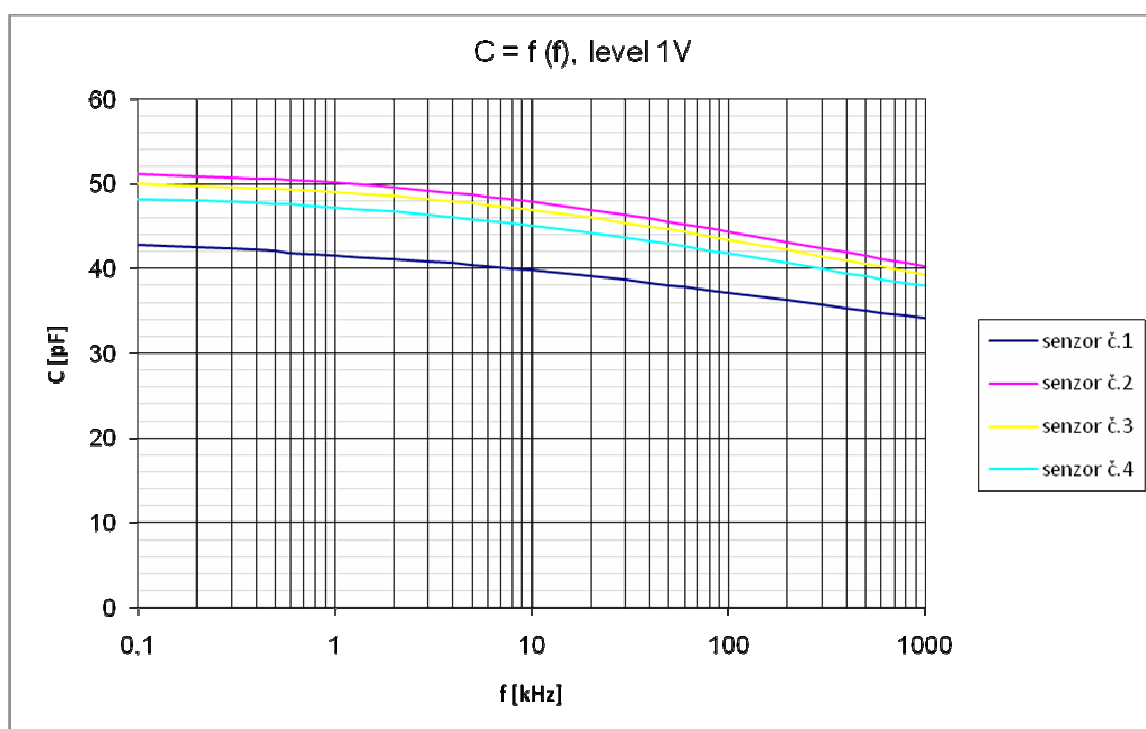
U vzorku s označením vz.č. 11 bylo provedeno měření závislost kapacity na frekvenci. Navíc byla na senzoru otestována zkouška reakce na tlak. Reakce byla měřena při $f = 1\text{kHz}$, Level 500 mV, $C_0 = 46,07\text{ pF}$. Při vyvinutí tlaku hrotem tužky (zatím neznámé hodnoty), kapacita C_1 stoupla na hodnotu asi 115 pF. Při zastavení působení tlaku se hodnota kapacity vrátila na svou původní hodnotu. Po několikanásobném působení tlaku membrána praskla.



Tento senzor je v nízkých kmitočtech (pod 1kHz) frekvenčně více závislý než stejně vyrobený senzor č.1. Jinak od frekvence 1kHz mají přibližně stejnou charakteristiku i velikost kapacity. Důvod proč tomu tak je zatím neznámý (nejspíš chyba měření).



Graf 4: Měření závislosti kapacity na frekvenci (100Hz – 1MHz), před a po působení tlaku



Graf 5: Porovnání závislostí kapacity na frekvenci při různých variacích elektrod

Tyto senzory jsou oproti vz.č. 11 frekvenčně stabilnější. Ostatní senzory (č. 2, č. 3, č. 4) nebyly testovány na tlak, protože nebyly opatřeny membránou. Po zatlačení ovšem vykazovaly nepatrnou změnu kapacity, ale pouze v důsledku deformace lepicí fólie.

8 Závěr

V úvodu této práce jsou popsány základní technologie výroby Mikro – elektro – mechanických systémů, které až na pár výjimek byly použity i při výrobě kapacitního tlakového senzoru.

Důležitou kapitolou této práce jsou uhlíkové nanotrubice, jež jsou základní stavebním prvkem při výrobě kapacitního tlakového senzoru. Jsou zde zmíněny jejich základní vlastnosti, struktura a způsob výroby. Podrobně je rozebrána technologie PECVD, která byla použita pro výrobu CNTs. Do této kapitoly jsou zahrnuty i základní diagnostické metody nezbytné pro analyzování nano - rozměrových struktur.

V praktické části jsou detailně rozebrány jednotlivé postupy při výrobě senzoru, jako jsou litografie, leptání a depozice tenkých vrstev a filmů, které jsme si museli přivlastnit a uvést do praxe. Výroba jednotlivých částí senzoru nebyla nijak jednoduchá a zabrala mnoho času a úsilí.

Samotné měření už nebylo nijak komplikované, nicméně se objevily problémy, které je nutno do budoucna vyřešit. Ze simulací totiž vyplývá, že pole uhlíkových nanotubic aktivní plochu zvětšuje. Ovšem daná měření prokázala, že tomu tak není. Pole uhlíkových nanotubic v některých případech kapacitu zvětšilo, ale ne díky zvětšení aktivní plochy a tím zvětšení potenciálu elektrostatického pole a jeho zakřivení, ale jen díky tomu, že vytvořilo menší vzdálenost mezi elektrodami. Je to důsledkem toho, že nanotrubice jsou příliš blízko sebe a momentálně nejsme schopni vytvořit pole tak, aby mezery mezi CNTs byly větší. Růst uhlíkových nanotubic a změna jejich parametrů jako průměr a délka se dá v procesu PECVD regulovat jednak průtokem plynů (Ar , CH_4 , H_2), teplotou plazmatu, vzdáleností substrátu od plamene nebo tloušťkou katalytické vrstvy. Ovšem ani jeden z parametrů neřeší otázku vzdálenosti jednotlivých CNTs od sebe. Tento problém se musí řešit ještě před depozicí CNTs a tím je katalytická vrstva železa (nebo jiného kovu např. Niklu). Nabízí se řešení vytvořit ostrůvky této katalytické vrstvy tvořící matici (dosud neznámých rozměrů) na niž se nechá deponovat pole CNTs. Tím by se dosáhlo vytvoření sloupků tvořených opět hustě nadeponovanými CNTs s mezerou tvořenou též čtvercem (neznámého rozměru). Otázkou stále zůstává, jak velké ostrůvky a mezery mezi jednotlivými čtverci musí být, aby došlo k dostatečnému obtékání ekvipotenciálních ploch kolem CNTs a tím zvětšení kapacity. Tyto a mnohé další problémy budou předmětem dalšího zkoumání, kterého bych se chtěl nadále zúčastnit.

Uhlíkové nanotrubice a výroba samotného senzoru mě natolik zaujaly, že bych se chtěl dále účastnit výzkumného projektu nových mechatronických struktur MEMS využitelných pro měření tlaku. Projekt by měl být nosnou částí mého postgraduálního studia na Vysokém učení technickém v Brně.

9 Literatura

- [1] *Mikro-elektro-mechanické systémy MEMS* [online]. c2008 [cit. 2008-05-26]. Dostupné z WWW: <<http://www.stech.cz/articles.asp?ida=509&idk=97>>
- [2] *MIKROSENZORY, MIKRO a NANOELEKTROMECHANICKÉ SYSTÉMY* [online]. c2008 [cit. 2008-05-26]. Dostupné z WWW: <<http://147.229.68.118/%7Exlunac01/textbook/full/index.htm>>
- [3] *MEMS and Nanotechnology Clearinghouse* [online]. c2008 [cit. 2008-05-26] Dostupné z WWW: <<http://www.memsnet.org/mems/processes/>>
- [4] *MEMS and Nanotechnology Clearinghouse* [online]. c2008 [cit. 2008-05-26] Dostupné z WWW: <<http://www.memsnet.org/mems/processes/deposition.html>>
- [5] *MEMS and Nanotechnology Clearinghouse* [online]. c2008 [cit. 2008-05-26] Dostupné z WWW: <<http://www.memsnet.org/mems/processes/lithography.html>>
- [6] *MEMS and Nanotechnology Clearinghouse* [online]. c2008 [cit. 2008-05-26] Dostupné z WWW: <<http://www.memsnet.org/mems/processes/etch.html>>
- [7] Daenen M., de Fouw R. D., Hamers B., Janesen P. G. A., Shouteden K., Veld M. A. J., *The Wondrous World of Carbon Nanotubes*, Eindhoven University of Technology 2003
- [8] *Wikipedia The Free Encyklopedia* [online]. c2008 [cit. 2008-05-26]. Dostupné z WWW: <http://en.wikipedia.org/wiki/Carbon_nanotube>
- [9] Skúlason E., *Metallic and Semiconducting Properties of Carbon Nanotubes* [online]. Camp, nanoDTU, Department of Physics. Dostupné z WWW: <<http://www.hi.is/~egillsk/stuff/annad/Egill.Slides2.pdf>>
- [10] Antram M. P., Leonárd F., *Physics of carbon nanotube electronic device*, Reports on progress in physics, Publishing Ltd UK, 2006
- [11] R. Ficek, R. Vrba, B.H. Kim, S. Goodnick, S. Milicic, Z. Kučerová, L. Zajíčková, M. Eliáš: Carbon nanotubes: Preparation and measurement of their electrical properties for pressure sensor application, IMAPS CS INTERNATIONAL CONFERENCE PROCEEDINGS 2006, Brno, September 2006. Dražanský, M., Orság, F.: Biometric Security Systems: Robustness of the Fingerprint and Speech Technologies. In: BT 2004 - International Workshop on Biometric Technologies, Calgary, CA, 2004, s. 99-103
- [12] *atmilab* [online]. c2008 [cit. 2008-05-26]. Laboratoř mikroskopie a atomárních sil, A Katedra experimentální fyziky Přírodovědecké fakulty Univerzity Palackého a centrum výzkumu nanomateriálů. Dostupné z WWW: <<http://atmilab.upol.cz/spm.html>>
- [13] *Chemical Vapour Deposition* [online]. c2008 [cit. 2008-05-26]. Dostupné z WWW: <<http://chiuserv.ac.nctu.edu.tw/~htchiu/cvd/home.html>>
- [14] Growth Mechanisms for Carbon Nanotubes [online]. c2008 [cit. 2008-05-26]. Dostupné z WWW: <http://www.pcpm.ucl.ac.be/themes/GROWTH_NT.php>
- [15] *Wikipedia The Free Encyklopedia* [online]. c2008 [cit. 2008-05-26]. Dostupné z WWW: <<http://en.wikipedia.org/wiki/CVD>>

- [16] SYNEK, Petr. *Depozice uhlíkových nanotrubelek*. Brno, 2006. 42 s. Vedoucí bakalářské práce Mgr. Lenka Zajíčková, Ph.D. Dostupný z WWW: <http://is.muni.cz/th/53415/prif_b/Bachelor_Synek.pdf>.M. Meyyappan. Carbon Nanotubes: Science and Application. CRC Press, Boca Raton, Florida, 2005.
- [17] O. Jašek, M. Eliáš, L. Zajíčková, V. Kudrle, M. Bublana, J. Matějková, A. Rek, J. Bururšík, and M. Kadlečíková. Carbon nanotubes synthesis in microwave plasma torch at atmospheric pressure. Materials Science and Engineering: C, article in press.
- [18] S. Hofmann, C. Ducati, and J. Robertson. Low-temperature growth of carbon nano - tubes by plasma-enhanced chemical vapor deposition. Appl. Phys. Lett., 83:135–137, 2003.
- [19] T. Nozaki, Y. Unno, and K. Okazaki. Thermal structure of atmospheric pressure non-equilibrium plasmas. Plasma Sour. Sci. Technol., 11:1–8, 2002.
- [20] Tománek, P. Nanotechnologie a optická nanometrologie. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2000 21 stran ISBN 80–214-1589–4.
- [21] Frank L., Jiráček J., Rek A., Rozsivalová Z., *Speciální diagnostika*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, elektronická skripta, 80 stran.
- [22] Šikola, T. *Povrchy a tenké vrstvy – klíč k nanotechnologiím*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2004 25 stran ISBN 80–214-2781–7.
- [23] Ficek, R.: Carbon nanotubes pressure sensor - MEMS structure, BD Sensors, 2006
- [24] Halliday D., Resnick R., Walker J. *Fyzika*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, nakladatelství VUTIÚ, 1997 1050 stran ISDN 80–214-1868–0.

10 Vysvětlivky

¹Hookův zákon

Popisuje deformaci materiálu působením síly. Deformace je úměrná napětí materiálu. Hookův zákon platí dobře pro malá napětí.

²Youngův modul pružnosti

materiálová charakteristika dané látky vzhledem k deformaci v tahu

³Van der Waalsovy síly

1. Přitažlivé či odpudivé interakce mezi atomy a molekulami, které jsou odlišné od vlastní chemické (kovalentní) vazby. Tyto interakce vznikají např. na podkladě vzájemného působení nábojů nebo naopak nepolárních úseků molekul. Ve srovnání s kovalentní vazbou jsou slabé, ale mají značný význam ve stavbě a struktuře některých biologicky významných látek, např. bílkovin. Mutace genu a následná záměna jedné aminokyseliny za druhou může narušit tyto interakce, což často poškodí strukturu a funkci bílkoviny, např. enzymu. Srov. vodíkové můstky
2. Síly nevazebné interakce elektroneutrálních atomů nebo molekul: interakce mezi dvěma permanentními dipóly, interakce permanentního s indukovaným dipólem a interakce disperzní (interakce fluktuujících dipólových momentů). Potenciál *v. d. W. s.* ubývá s šestou mocninou vzdálenosti. Jsou příčinou např. odchýlného chování reálných a ideálních plynů. *Van der Waalsovy síly* jsou hlavním případem mezimolekulových sil.

11 Seznam použitých zkratk

Absorpce – objemové pohlcování, vstřebávání, zeslabení jedné látky v druhé, zeslabení elektromagnetického záření, zvuku nebo počtu částic při průchodu látkou

Adsorpce – je děj probíhající na fázovém rozhraní tekutina/tuhá fáze, při němž se na povrchu tuhé fáze koncentruje jedna nebo více složek tekuté fáze

Ar – Argon

CNTs – z angl. Carbon nanotubes, uhlíkové nanotrubičky.

CH₄ - Methan

Derivát – sloučenina odvozená od základní molekuly, látky, odvozenina

Desorpce – uvolnění adsorbovaných molekul z povrchu látky (adsorbentu) nebo absorbovaných molekul z objemu látky (absorbentu), opačný pochod k sorpci

Difúze – pohyb částic vyvolaný gradientem (teplotní, koncentrační), přechod částic z oblasti s vyšší koncentrací do oblasti s nižší koncentrací

Dispergovat – rozptylovat, rozptýlit; rozkládat, rozložit

Disperzní – rozkládající, rozptylující

Fermiho hladina – fiktivní hladina energie, při níž je 50%-ní pravděpodobnost, že se elektron vyskytuje nad nebo pod touto hladinou.

Fullereny - sférické molekuly, složené z pěti nebo častěji šestičlenných kruhů atomů uhlíku

HF – Kyselina fluorovodíková

Hydrofobní – odpuzující vodu; nesnášející vodu, vyhýbající se vodě

Hydrofilní – schopný vázat vodu nebo rozpouštět se v ní, vodomilný

Chirální – (chem.) asymetrický

Katalyzátory – rozumíme látky, které urychlují chemické reakce

MWCNTs - z angl. Multi Wall Carbon Nanotubes

POL – Pomalé oxidační leptadlo

Polymer – látka složená z makromolekul

Prekurzor – výchozí látka, částice, z níž vzniká chemickou přeměnou výsledný produkt

RIE – Reactive Ion Etching, leptání za pomoci reaktivních iontů

SWCNTs – z angl. Single Wall Carbon Nanotubes, jednostěnné uhlíkové nanotrubičky

ÚPT AV ČR - Ústav přístrojové techniky Akademie věd České republiky

12 Seznam obrázků

Obr. 2-1: Principiální schéma CVD reaktoru [4]	10 -
Obr. 2-2: Příklad zařízení pro elektrodepozici [4].....	11 -
Obr. 2-3: Principiální schéma epitaxního reaktoru [4]	11 -
Obr. 2-4: Schéma reaktoru pro termální oxidaci [4]	12 -
Obr. 2-5: Komora pro termální oxidaci	12 -
Obr. 2-6: Systém pro napařování elektronovým paprskem [4]	13 -
Obr. 2-7: Systém pro vakuové naprašování [4].....	13 -
Obr. 2-8: Způsob nanášení filmů pomocí odstředivky [4]	14 -
Obr. 2-9: Spin coater a výhřivná plotýnka v čistých prostorech	14 -
Obr. 2-10: Přenos vzoru na fotocitlivý materiál [5]	15 -
Obr. 2-11: Rozdíl mezi pozitivním a negativním fotorezistem [5]	15 -
Obr. 2-12: Rozdíl mezi procesem leptání a lift off [4]	16 -
Obr. 2-13: Litograf Perkin – Elmer (PE34HT) „clean room“	16 -
Obr. 2-14 Rozdíly ve způsobu leptání mezi anizotropním a izotropním leptáním [6] ...	17 -
Obr. 2-15 Typický systém paralelního reaktivního iontového odprašování [6].....	18 -
Obr. 3-1 Rovinný grafitový list. Konstrukce CNTs může být dosaženo [7,8]	19 -
Obr. 3-2: Energetické hladiny kovu, polovodiče a grafitu [9].....	20 -
Obr. 3-3: Grafitový list. Struktura a energetické hladiny přímé nanotrubic [11]	21 -
Obr. 3-4 Grafenový list. Struktura a energetické hladiny kroucené nanotrubic [11] ..	21 -
Obr. 4-1: Mechanismus růstu uhlíkových nanotubic [14]	22 -
Obr. 4-2: Blokové schéma částí reaktoru pro depozici uhlíkových nanotubic [16].....	23 -
Obr. 4-3: Aparatura pro depozici uhlíkových nanotubic vpravo, hořící plazma v reaktoru vlevo	24 -
Obr. 5-1:a) Rozdíly ve velikosti vybuzeného objemu (strukturním rozlišením) pro jednotlivé signály, b) souhrn signálů, které vznikají při dopadu elektronového svazku na povrch materiálu (dole) [9]	25 -
Obr. 5-2: a) Pole uhlíkových nanotubic zobrazených pomocí SEM, b) separovaná uhlíková nanotrubice	26 -
Obr. 5-3: Princip mikroskopu AFM	27 -
Obr. 5-4: AFM snímek ostrůvků fotorezistu, který je vytvořen na katalycké vrstvě železa .-	28 -
Obr. 6-1: Schéma deskového kapacitního senzoru s proměnnou mezerou.	30 -
Obr. 6-2: Vliv změny elektrického pole mezi dvěma uhlíkovými nanotubicemi a zakřivení ekvipotenciálních ploch.....	31 -
Obr. 6-3: Profil senzorického čipu, horní pohled na čip, řez elektrodou s vyleptanou membránkou.....	32 -

Obr. 6-4: Profil senzorického čipu, horní pohled na čip, řez elektrodou s vyleptanou membránkou.....	- 32 -
Obr. 6-5: a) nalaminovaný a osvětlený fotorezist na povrchu waferu, b) povrch waferu po oplachu osvětleného fotorezistu v roztoku Na_2CO_3	- 33 -
Obr. 6-6: Chemický box na Masarykově univerzitě v „clean room“	- 34 -
Obr. 6-7: Leptací aparatura, vlevo nádoba na KOH, vpravo průtokový termostat	- 35 -
Obr. 6-8: Mikro-výbrus vyleptané membrány.....	- 35 -
Obr. 6-9: Analýza hloubky prvního leptání (10 μm), změřeny tři hodnoty z nichž se provedl aritmetický průměr.....	- 37 -
Obr. 6-10: Profil jedné membrány výsledného leptání.....	- 37 -
Obr. 6-11: a) Analýza šířky čár na šabloně, b) analýza šířky vyleptané čáry	- 38 -
Obr. 6-12: Optická analýza rozměrů membrány na šabloně, b) analýza rozměrů vyleptané membrány.....	- 38 -
Obr. 6-13: a) Laserová analýza šířky vyleptané čáry b) 3D zobrazení vyleptané čáry c) kruhová membrána vzorku.....	- 39 -
Obr. 6-14: a) Šablona pro napaření Fe, b) šablona pro napaření Au.....	- 40 -
Obr. 6-15: a) Aparatura pro vakuové napařování vlevo b) elektrody s vaničkou napařovaného materiálu vpravo	- 40 -
Obr. 6-16: Zakoupená a zprovozněná aparatura pro anodické pájení	- 41 -
Obr. 6-17: Měření tloušťky oboustranně lepidivé fólie na mikroskopu Olympus LEXT OLS3100	- 42 -
Obr. 6-18: a) Senzory spojené oboustranně lepidivou fólií a nabudované na korundovou keramiku b) anodicky spájené senzory a kontakty vyvedené pomocí Cu drátků přilepených vodivým lepidlem na plošku Au	- 42 -

13 Seznam tabulek

Tabulka 1: Různé naměřené délky vyleptané membrány	- 39 -
--	--------